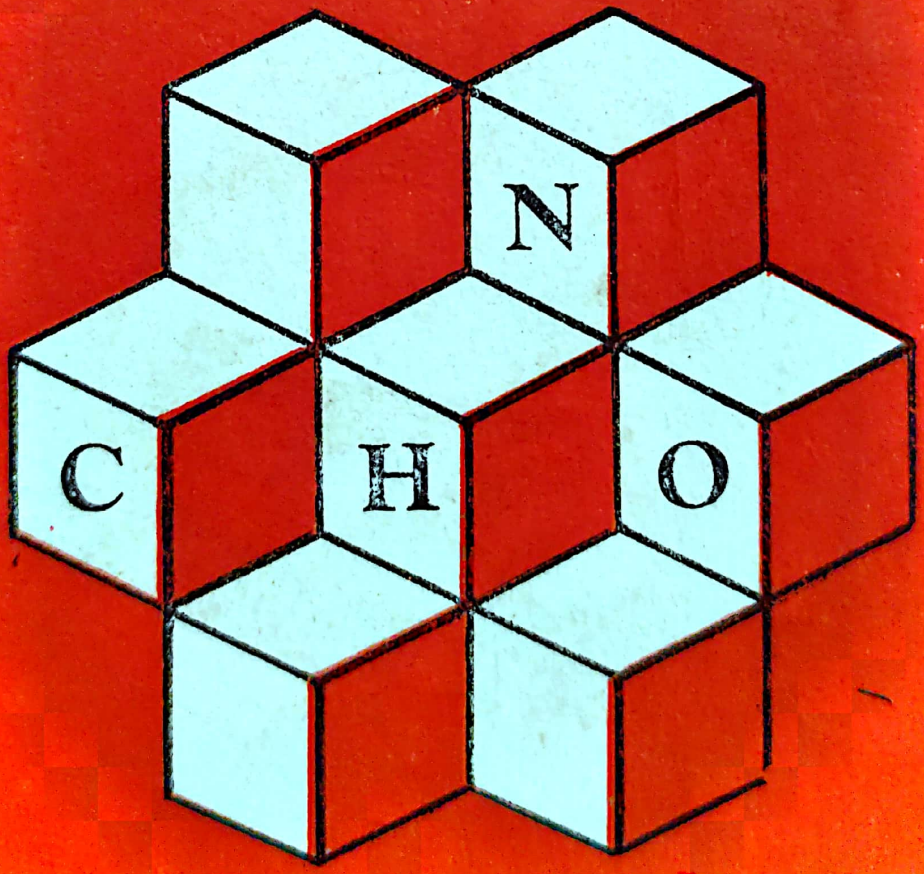
Maria Ionescu

Cartea operatorului din industria fibrelor chimice



Editura tehnică

MARIA IONESCU

Cartea operatorului din industria fibrelor chimice

Ediţia a III-a îmbunătăţită şi completată

Editura tehnică
Bucureşti — 1982

Scanned with OKEN Scanner

În lucrare sînt expuse, la un nivel accesibil, cunoștințele teoretice și practice necesare pentru urmărirea și conducerea proceselor tehnologice și controlul fabricației fibrelor chimice.

Sînt prezentate mai întîi noțiuni de bază, clasificarea, caracteristicile, structura și metodele de identificare ale fibrelor chimice, după care, pentru fiecare categorie de fibre (celulozice, poliamidice, poliesterice, polipropilenice, poliacrilonitrilice) sînt arătate materiile prime și auxiliare necesare obținerii acestora, tehnologiile de fabricație cu aparatura și liniile tehnologice folosite, condițiile de calitate, metodele de control și modernizările existente.

În continuare sînt descrise operațiile de finisare și pregătire a fibrelor chimice pentru prelucrarea textilă (obținerea fibrelor continue și scurte ; sortimente de fire și fibre și domenii de utilizare ; vopsirea fibrelor chimice).

În ultima parte a lucrării sînt prezentate procedeele de recuperare a deșeurilor tehnologice în fabricile de fibre chimice, precum și noțiuni de protecția muncii și tehnica securității.

Cartea se adresează muncitorilor calificați, operatorilor chimiști și textiliști, tehnicienilor, maiștrilor și laboranților care lucrează în sectorul fibrelor chimice, putînd să fie folosită și ca material didactic elevilor de la școlile profesionale, tehnice și de maiștri.

Scanned with OKEN Scanner

PREFAȚĂ

Ca urmare experienței ediţiilor precedente, în mod deosebit ediția a III-a îmbunătățită a lucrării de față este destinată ca manual pentru pregătirea operatorilor chimiști, operatorilor textiliști, maiștrilor și tehnicienilor în domeniul fabricării firelor și fibrelor chimice.

În același timp lucrarea se adresează celor care lucrează în aceste tehnologii și sînt calificați, reprezentînd un îndrumar pentru cunoașterea și lămurirea proceselor curente la care participă.

În carte sînt tratate la un nivel ușor accesibil principalele probleme specifice industriei fibrelor chimice, precum și noțiunile de bază pentru conducerea proceselor tehnologice și controlul fabricației, cu un volum important de date tehnice specifice.

Modul de tratare, în general, scoate în evidență sensibilitatea proceselor tehnologice în acest domeniu, exigența necesară pentru conducerea instalațiilor și rezolvarea problemelor de calitate.

Se prezintă noțiunile de bază, clasificarea și caracteristicile fibrelor chimice, materiilor prime și auxiliare, procesele tehnologice de fabricație, operațiile textile în fabricarea fibrelor chimice, sortimente și domenii de utilizare, precum și noțiunile de tehnica securității în acest domeniu industrial.

Lucrarea a fost completată, ca o necesitate a etapei actuale, cu capitole distincte pentru procedeele de vopsire a fibrelor chimice și recuperarea deșeurilor tehnologice, precum și cu informații principale privind modernizările tehnologice care sînt în curs de rezolvare pentru unitățile prevăzute în programul de dezvoltare a producției de fibre chimice în continuare, cu îmbunătățiri ale proceselor clasice.

Scanned with OKEN Scanner

Nu am insistat din motive de spațiu în acest cadru în direcția întreținerii și reparării utilajelor, a modului de organizare a acestei activități în paralel cu producția, întrucît sînt manuale de specialitate mecano-electro-ATM, care pot fi utilizate. Această activitate are o contribuție esențială în asigurarea calității și funcționalității instalațiilor.

Se poate spune că materialul în totalitate cuprinde cele mai importante și specifice date și explicații pentru a contribui eficient la formarea în ansamblu a personalului de operare în acest domeniu industrial.

AUTORUL

Scanned with OKEN Scanner

CUPRINS

Partea întîi

NOȚIUNI GENERALE

Capitolul I. **Istoricul dezvoltării industriei fibrelor chimice** 11

Capitolul II. **Clasificarea fibrelor** 16

Capitolul III. **Noțiuni teoretice de bază** 20

A. Noțiuni generale 20
1. Monomeri 20
2. Comonomeri 21
3. Polimeri 21
4. Polimerizarea 21
5. Copolimerizarea 23
6. Policondensarea 24
7. Copolicondensarea 25
8. Masa moleculară 25
9. Gradul de polimerizare 26
10. Polidispersia moleculară. Polimeri omologi 28
11. Grupele terminale ale polimerilor 29
12. Inițiatori și catalizatori 29
13. Stabilizatori 30
14. Depolimerizarea 31
15. Dizolvanți 31
16. Gonflarea 31

B. Noțiuni specifice fluxului tehnologic general 32
1. Noțiuni generale despre filare. Procedee de filare 32
2. Organele mașinii de filat 33
3. Debitul de filare 36
4. Viteza de filare 37
5. Baia de coagulare 37
6. Întinderea la filieră 38
7. Lungimea de imersie 38
8. Soluția de filare 38
9. Preparația de filare 39
10. Etirarea 39
11. Avivarea 40
12. Antistatizarea 40
13. Matisarea 40

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul IV. **Caracteristicile fibrelor chimice, structură și metode de identificare** 41

A. Caracteristicile fibrelor chimice 41
1. Proprietăți dimensionale 41
2. Proprietăți mecanice 48
3. Proprietăți termice 54
4. Proprietăți electrice 57
5. Proprietăți optice 60
6. Alte proprietăți fizice 62
7. Proprietăți chimice 64
8. Proprietăți tinctoriale 67

B. Structura fibrelor chimice 72

C. Identificarea fibrelor chimice 75
1. Metode fizice 77
2. Metode chimice 77

D. Controlul calității și condiții de calitate 80

Partea a doua

FIBRE ARTIFICIALE

Capitolul V. **Fibre celulozice** 88

A. Materii prime și auxiliare pentru fibre celulozice 88
1. Celuloza 88
2. Hidroxidul de sodiu 93
3. Sulfura de carbon 94
4. Acidul sulfuric monohidrat 100
5. Apa de fabricație 100

B. Fabricarea fibrelor celulozice 101
1. Preparația chimică 102
2. Tehnologia filării fibrelor celulozice 131

C. Fabricarea firelor cord tip viscoză 147
1. Generalități 147
2. Caracteristicile procesului tehnologic 148

D. Fabricarea celofibrei 156

E. Fabricarea celofanului 160

F. Fibre celulozice speciale de mare rezistență 164

Partea a treia

FIBRE SINTETICE FILATE DIN TOPITURĂ

Capitolul VI. **Fibre poliamidice** 170

A. Materii prime și auxiliare pentru obținerea fibrelor de policaprolactamă 171
1. Fenolul 171
2. Sulful 172
3. Acidul sulfuric oleum 172
4. Bicarbonatul de amoniu 172
5. Benzenul 173

Scanned with OKEN Scanner

B. Caprolactama 173
1. Condiţii de calitate şi metode de control 173
2. Tehnologia de fabricare a caprolactamei din fenol 176
3. Tehenologia de fabricare a caprolactamei din benzen . . . 195
4. Modernizări în fabricarea caprolactamei 200
C. Polimerizarea caprolactamei. (Fabricarea policaprolactamei) . 201
1. Polimerizarea discontinuă 205
2. Polimerizarea continuă 206
D. Filarea 211
1. Filarea din granule 212
2. Filarea directă din polimer topit 218
E. Modernizări şi tendinţe în fabricarea şi filarea policaprolactamei 219
1. Modernizări şi tendinţe în fabricarea policaprolactamei . 219
2. Modernizări şi tendinţe în filarea policaprolactamei . . . 222
F. Controlul fabricaţiei 223

Capitolul VII. **Fibre poliesterice** 225
A. Materii prime 226
1. Dimetil-tereftalatul 226
2. Etilen-glicolul 227
3. Acidul tereftalic 228
B. Tehnologia de fabricare a polietilen-terftalatului 230
C. Filarea polietilen-terftalatului. (Fire şi fibre poliesterice) . . 235

Capitolul VIII. **Fibre polipropilenice** 243
A. Consideraţii generale 243
B. Materii prime şi auxiliare folosite la obţinerea polipropilenei pentru fibre 246
1. Propilena 246
2. Mediul de reacţie 248
3. Complexul catalitic 248
4. Alte materiale necesare sintezei polipropilenei 251
C. Tehnologia polimerizării stereospecifice a propilenei 251
1. Prepararea complexului catalitic 252
2. Polimerizarea 253
3. Purificarea polimerului 254
4. Granularea polipropilenei izotactice 254
D. Filarea polipropilenei 255

Partea a patra

FIBRE SINTETICE FILATE DIN SOLUŢIE

Capitolul IX. **Fibre poliacrilonitrilice** 257
A. Materii prime şi auxiliare pentru fabricarea fibrei Melana . 258
1. Materii prime şi auxiliare pentru obţinerea polimerului . 259
2. Materii prime şi auxiliare pentru obţinerea soluţiei de filare 262

Scanned with OKEN Scanner

B. Acrilonitrilul 264
1. Fabricarea acrilonitrilului din acetilenă și acid clorhidric 265
2. Fabricarea acrilonitrilului din propilenă și amoniac . . . 270
C. Polimerizarea acrilonitrilului și modernizări în fabricare . . 272
1. Polimerizarea acronitrilului 272
2. Modernizări în procesul de fabricarea poliacrilonitrilului . 278
D. Copolimerizarea acrilonitrilului direct în dizolvantul de filare 279
E. Obținerea fibrelor 280
1. Filarea 280
2. Etirarea 284
3. Spălarea 285
4. Uscarea 286
5. Încreștirea 287
6. Fixarea 288
7. Tăierea 289
8. Ambalarea 290
F. Obținerea și recuperarea dizolvantului de filare 290
1. Obținerea carbonatului de etilenă (procedeul vechi) . . . 290
2. Sinteza directă a carbonatului de etilenă 291
3. Recuperarea carbonatului de etilenă 292
G. Modernizări în filarea fibrelor acrilice prin procedeul umed 295

Partea a cincea

FINISAREA FIBRELOR CHIMICE ȘI PREGĂTIREA LOR PENTRU PRELUCRARE TEXTILĂ

Capitolul X. **Operații textile în fabricarea fibrelor chimice** 297
A. Operații textile pentru obținerea fibrelor continue 297
1. Etirarea 297
2. Răsucirea 303
3. Spălarea 308
4. Fixarea 309
5. Bobinarea 308
6. Sortarea finală și ambalarea 312
B. Operații textile pentru obținerea fibrelor scurte 312
1. Fibre poliamidice 313
2. Fibre poliesterice 318

Capitolul XI. **Sortimente de fire și fibre și domenii de utilizare** . . 322
A. Fire continue normale 323
1. Fire monofilamentare 323
2. Fire polifilamentare 324
B. Fire texturate 326
1. Fire supraelastice 327
2. Fibre voluminoase 332
3. Observații principale de calitate privind obținerea și prelucrarea firelor texturate 334
4. Tehnologii noi de texturare 335

Scanned with OKEN Scanner

C. Fire și fibre profilate 3
D. Fire pe urzeli secționale 338
E. Fire tehnice 340
1. Fire tehnice poliamidice cord 341
2. Corzi monofilamentare 345
3. Fire tehnice poliesterice 347
F. Fibre sub formă de pale 350
1. Prelucrarea în pale a fibrelor acrilice 350
2. Prelucrarea în pală a cablului de fibre poliesterice 353
G. Fire texturate tip covor 353

Capitolul XII. **Vopsirea fibrelor chimice** 359
A. Considerații generale asupra proceselor de vopsire 359
B. Clasele de coloranți pentru vopsirea firelor și fibrelor chimice 362
1. Scurt istoric 362
2. Clasificarea coloranților 362
3. Mecanismul de fixare a coloranților 363
C. Auxiliari utilizați în vopsirea fibrelor chimice 367
1. Unele considerații generale în procesele de vopsire . . . 367
D. Sortimente vopsite în procesele de fabricare a fibrelor . . . 370
E. Procedee de vopsire ulterioară a firelor și fibrelor chimice aplicate în industria textilă 374
1. Generalități 374
2. Vopsirea fibrelor polinitrilacrilice 375
3. Vopsirea firelor și fibrelor poliamidice 381
4. Vopsirea firelor poliesterice 381
5. Teste pentru verificarea firelor și fibrelor chimice 382
6. Aparatura pentru vopsirea firelor și fibrelor chimice . . . 382
F. Factorii care influențează calitatea vopsirilor 383

Capitolul XIII. **Procedee de recuperare a deșeurilor tehnologice în fabricarea fibrelor chimice** 386
A. Generalități 386
B. Procedee de recuperare a deșeurilor tehnologice în fabricarea fibrelor poliamidice 387
C. Recuperarea deșeurilor tehnologice în fabricarea fibrelor acrilice 389
D. Recuperarea deșeurilor în fabricarea fibrelor poliesterice . . 389
E. Recuperarea deșeurilor de fibre celulozice 390

Capitolul XIV. **Protecția muncii și tehnica securității în fabricile de fibre chimice** 392
1. Substanțe toxice și măsuri de protecție 393
2. Principiul metodelor de detecție și analiză a substanțelor toxice 410
— Reacții colorimetrice pentru detecția noxelor 412
Bibliografie 418

Scanned with OKEN Scanner

PARTEA ÎNTÎI

Noțiuni generale

Capitolul I

ISTORICUL DEZVOLTĂRII INDUSTRIEI FIBRELOR CHIMICE

Industria fibrelor chimice face parte din categoria ramurilor tinere ale industriei chimice care s-au dezvoltat rapid în ultima vreme.

Pînă la sfîrșitul secolului al XIX-lea, fibrele pentru produsele textile necesare se obțineau din prelucrarea fibrelor naturale de origine animală și vegetală de toate categoriile, pe care, în funcție de condițiile locale, oamenii le-au avut la îndemînă.

Fibrele chimice au apărut odată cu dezvoltarea științelor, din necesitatea de a crea mai multe bunuri și mai ieftine în țările cu mai puțină posibilitate de cultivare a plantelor textile.

Celuloza, fiind constituentul principal al celulelor de plante, a fost multă vreme cunoscută ca o substanță complet insolubilă, deoarece nu se cunoșteau solvenți care să o aducă în soluție fără să-i modifice compoziția și proprietățile.

Odată cu găsirea posibilităților fizico-chimice de aducere în soluție a celulozei, aceasta a fost, timp îndelungat, sursa principală de materie primă pentru fibrele artificiale. Ulterior s-au descoperit alți polimeri naturali corespunzători pentru acest scop, ca de exemplu *proteinele naturale* și mai tîrziu *polimerii sintetici.*

Lucrările importante privind obținerea fibrelor pe bază de celuloză încep din anul 1846, cînd Schönbein a preparat nitrocelulozа, un compus al celulozei, care se dizolvă în dizolvanți organici, rezultînd o soluție siropoasă.

Scanned with OKEN Scanner

Proprietățile explozive ale nitrocelulozei au limitat dezvoltarea acestui procedeu.

Marea descoperire a lui Cross și Bevan, prin care o celuloză tratată cu hidroxid de sodiu reacționează cu sulfura de carbon, rezultînd un compus numit *xantogenat de celuloză*, solubil în soluție de hidroxid de sodiu, care poate fi precipitată din acizi formînd fibre, a stat la baza unei industrii care a luat o dezvoltare foarte mare pînă în zilele noastre.

În perioada anilor 1930—1940 a început fabricarea industrială a fibrelor proteice pe bază de cazeină. Din cauza unor proprietăți mai slabe decît ale fibrelor celulozice, fibrele proteice s-au dezvoltat puțin.

În jurul anului 1940 a început fabricarea industrială a fibrelor sintetice, reprezentînd o nouă și importantă etapă în producția fibrelor chimice.

Apariția și dezvoltarea fibrelor sintetice este strîns legată de progresul în chimia compușilor macromoleculari, care se bazează pe studiile lui Staudinger.

Ca urmare a cercetărilor lui Carothers, în anul 1939 a fost pusă în funcțiune prima uzină de fibre sintetice din lume, sub denumirea comercială de „Nylon 6 6".

Apariția fibrelor sintetice deschide largi perspective prin multiplele avantaje și utilizări pe care le prezintă.

Numărul tipurilor de fibre sintetice este în continuă creștere, avînd în momentul de față un orizont larg de dezvoltare.

În țara noastră au existat două fabrici de fibre artificiale, (viscoză) la București-Popești Leordeni (1936) și la Lupeni (1938), cu o capacitate de circa 1 200 t/an fiecare, care funcționează și în prezent la o capacitate mărită.

Datorită politicii de industrializare a țării și de ridicare continuă a nivelului de trai dusă de Partidul Comunist Român, s-a acordat o atenție deosebită dezvoltării, în țara noastră, a industriei de fibre chimice.

În anul 1959 a fost pusă în funcțiune, la Săvinești, prima fabrică de fibre sintetice din țara noastră, producînd fire și fibre poliamidice Relon.

În prezent, pe plan mondial, fibrele chimice (artificiale și sintetice) se dezvoltă necontenit, ocupînd un loc deosebit de important față de fribrele naturale.

În țara noastră, fibrele chimice se dezvoltă într-un ritm deosebit de rapid, în scopul de a da produse textile superioare în cantitate cît mai mare.

Scanned with OKEN Scanner

Transformarea în fibre chimice reprezintă o înaltă valorificare a resurselor proprii, realizîndu-se produse textile de mare importanţă, atît pentru consumul intern cît şi pentru export.

Materiile prime de bază ca : lemnul, stuful, gazul metan, sarea, petrolul şi cărbunele asigură producţia de fibre chimice.

În anul 1963, tot la Săvineşti, a fost pusă în funcţiune o fabrică de fibre sintetice poliacrilonitrilice Melana, iar în anul 1964 a fost pusă în funcţiune unitatea de fibre artificiale de la Brăila, cu o mare capacitate, prevăzută şi cu un sector de fire cord pentru anvelope.

Directivele celui de-al IX-lea Congres al Partidului Comunist Român au precizat creşteri importante de capacităţi în perioada 1965—1970, care s-au concretizat prin extinderea producţiei de fire poliamidice în instalaţia Relon II (1967) şi Relon III (1969) pentru scopuri textile şi tehnice (fire cord), la C.F.S. Săvineşti. Tot în anul 1969 s-a pus în funcţiune pe o platformă nouă, la Iaşi, prima unitate de fibre poliesterice din R.S.R., producînd în prima etapă fibre poliesterice tip lînă şi bumbac, iar în etapa a doua fire tehnice şi textile.

Tot în această perioadă (1970) a fost pusă în funcţiune la Săvineşti unitatea Melana III cu o capacitate dublă faţă de instalaţia din 1963. Experienţa acumulată şi rezultatele obţinute de sectorul de fibre chimice din cadrul Ministerului Industriei Chimice au creat o bază mai sigură pentru dezvoltarea în continuare de noi capacităţi cu aplicarea tehnologiilor îmbunătăţite în vederea realizării calităţii curute şi a unei game mai largi de sortimente.

Începînd cu această etapă, s-a luat în considerare atît satisfacerea crescîndă şi exigentă a cerinţelor interne cît şi crearea unei producţii pentru export.

Astfel, Congresul al X-lea al Partidului Comunist Român a prevăzut pentru perioada 1971—1975 pentru industria fibrelor chimice un ritm mai ridicat decît în etapele precedente, preliminînd o creştere a producţiei totale de 197% faţă de anul 1970.

Realizarea practică a investiţiilor, culminînd cu instalaţiile care au intrat în funcţiune în 1973 şi 1974, au condus prin capacităţile proiectate la depăşirea acestor prevederi realizîndu-se o creştere de peste 200% faţă de anul 1970.

Acest program a fost concretizat prin dezvoltarea cu 200% a producţiei de fire şi fibre poliamidice Relon şi 100% a producţiei de fibre acrilice Melana la Săvineşti în unităţile Relon IV şi Melana IV, creşterea cu aproape 300% a producţiei de fibre polies-

Scanned with OKEN Scanner

terice „TEROM“ la C.F.S. Iași și realizarea primei linii experimentale de fibre polipropilenice iar la C.F.A. Brăila creșterea unor capacități de celofibră și celofan.

În această etapă s-a reușit să se extindă unele sortimente speciale pentru scopuri tehnice și pentru covoare. De asemenea, s-a luat în considerare acoperirea deficientului intern la unele tipuri de fire și fibre pentru eliminarea importului, asigurîndu-se în același timp o pondere echilibrată la export.

Pentru acoperirea consumului intern de fire poliamidice s-a realizat, cu punere în funcțiune în 1976, unitatea Relon V care este dotată și pentru obținerea unor fire speciale pentru țesături (rotosetate) la nivelul tehnicii mondiale actuale.

De asemenea, s-au mai realizat creșteri de capacități în spațiile existente în mai multe etape, ceea ce a condus la creșterea eficienței economice atît la C.F.S. Săvinești cît și la C.F.S. Iași.

Experiența acumulată în producție și investiții precum și gradul de specializare efectiv atins au permis o pregătire fundamentată a programului de dezvoltare pentru cincinalul 1976—1980.

În corelare cu creșterea nivelului de trai, la care baza de materii prime chimice pentru scopuri vestimentare, tehnice și edilitare este o condiție esențială, Congresul al XI-lea al Partidului Comunist Român a prevăzut, pentru această subramură a industriei chimice, o nouă etapă de mare dezvoltare, cu o creștere de 100% a capacităților față de nivelul anului 1975.

Acest program a prevăzut deschiderea unor platforme noi pentru dezvoltarea capacităților de fibre chimice, cu punerea în funcțiune în 1981—1982 și anume :

— unitatea de fire și fibre poliamidice Relon VI Roman ;

— unitatea de fibre poliesterice și granule poliesterile Cîmpulung-Muscel ;

— unitatea de fire poliesterice Vaslui ;

— unitatea de fibre poliesterice Corabia.

Firele și fibrele artificiale celulozice cunosc o mare dezvoltare, pe baza unui program în două etape pînă în 1985, ceea ce va conduce la eliminarea importului de fire viscoză, celofibră și diminuarea importului de bumbac natural pentru industria textilă din R.S.R.

Conform acestui program se dezvoltă producția de fire viscoză la I.F.A. Viscofil București, I.F.A. Viscoza Lupeni și C.F.A. Brăila.

Tot la C.F.A. Brăila s-au dublat capacitățile pentru producția de celofibră standard și s-a realizat pentru prima dată în țară o

Scanned with OKEN Scanner

capacitate importantă de celofibre superioare, cu producţie din 1982. Apar platforme noi pentru fire artificiale care se dezvoltă în continuare în etapa a II-a pînă în 1985 : unitatea de fire şi fibre artificiale Suceava şi unitatea de fire artificiale Dej.

Pentru perioada 1980—1985, programul elaborat şi cuprins în documentele Congresului al XII-lea al P.C.R. prevede creşteri importante de capacităţi şi dezvoltări pe toate platformele, asigurîndu-se aproape dublarea producţiei de fibre chimice faţă de 1980. Se extind cele mai solicitate tipuri şi sortimente corespunzător cu tendinţele actuale mondiale precum şi sortimente cu proprietăţi speciale, acoperindu-se toate domeniile de utilizare pentru intern şi export.

Cu aceste dezvoltări se va atinge cantitatea de fibre chimice pe cap de locuitor la nivelul ţărilor dezvoltate, de la 1 kg/cap de locuitor în 1965, 8,5 kg/cap de locuitor în 1975 şi 14 kg/cap de locuitor în 1980—1981, la 22 kg/cap de locuitor în 1985.

Pînă în anul 1985 se vor realiza multe tipuri de fibre noi, cu diversificarea unor sortimente pentru prima dată la scară industrială în ţara noastră, cum sînt : fibrele celulozice cu modul umed ridicat, fibre din polimeri modificaţi şi noi copolimeri, fibre cu inflamabilitate scăzută, fibre polipropilenice etc.

Deasemenea, se extind domeniile de utilizare cuprinzînd o gamă largă de scopuri nevestimentare, ceea ce contribuie la realizarea articolelor tehnice şi a celor de decorarea locuinţelor şi edificiilor de uz comun, precum şi introducerea la o scară mai mare a polimerilor din acest domeniu în tehnică pentru a acoperi o serie de importante cerinţe ale industriei.

Actuala etapă se caracterizează şi prin faptul că toate dezvoltările se bazează pe cercetare, proiectare şi experienţă proprie de producţie, extinzîndu-se totodată în mod organizat şi producţia de utilaje specifice, contribuindu-se astfel la creşterea eficienţei economice.

Aceasta este o necesitate obiectivă pentru creşterea nivelului de trai, odată cu creşterea venitului naţional.

Din datele prezentate rezultă, în mod clar, că realizarea măreţului program de industrializare a ţării în domeniul fibrelor chimice la nivelul ţărilor celor mai dezvoltate impune o pregătire temeinică a cadrelor de toate categoriile, care vor conduce operaţiile, folosind instalaţii cu un înalt grad de automatizare şi exigenţă deosebită în menţinerea proceselor şi a calităţii, în condiţii de eficienţă economică mărită.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul II

CLASIFICAREA FIBRELOR

Dintre toate substanţele compuse cunoscute în chimia organică, numai o anumită parte poate fi integrată în categoria fibrelor textile, ţinînd seama de condiţiile pe care trebuie să le îndeplinească pentru acest scop.

În primul rînd, un compus chimic, pentru a putea fi luat în considerare sub aspect textil, trebuie să prezinte rezistenţă din punct de vedere mecanic, să aibă în acelaşi timp elasticitate şi moliciune suficientă, pentru a fi prelucrat şi utilizat sub formă de produse textile, ceea ce exclude substanţele fragile şi casante.

Deosebit de important este faptul că un material, care urmează să fie transformat în fibră, nu trebuie să fie solubil în apă, indiferent de condiţiile de contact cu apa şi nu trebuie să-şi modifice starea fizică, sub acţiunea temperaturilor normale de utilizare (spălat, călcat). Aceasta înseamnă că trebuie să aibă puncte de înmuiere, de topire şi descompunere suficient de înalte pentru a se păstra intactă forma iniţială la toate solicitările normale, precum şi în condiţiile de depozitare şi transport.

Multe substanţe cunoscute în chimie pot avea astfel de proprietăţi, fără ca totuşi să li se poată atribui denumirea de fibră. Pentru acest scop se impune ca produsul să fie alcătuit din molecule mari, cunoscute în terminologia de specialitate sub denumirea de *macromolecule* (macro — mare), care au o masă moleculară începînd de la 5 000 şi poate ajunge pînă la cîteva milioane.

Pentru a se preciza mai mult acest aspect, în tehnică se foloseşte, în afară de termenul de macromoleculă, noţiunea de *polimer* care este un cuvînt compus din cuvîntul *poli* (multe) şi *mer* (parte), ceea ce înseamnă că polimerul este o substanţă alcătuită din mai multe părţi de acelaşi fel care se repetă şi alcătuiesc structura sa.

Numărul de părţi care alcătuiesc moleculele polimerului este variat, în funcţie de tipul de substanţă. Un astfel de polimer se mai numeşte *polimer înalt*.

Structura substanţelor macromoleculare are o importanţă deosebit de mare pentru fibre, deoarece aşezarea unităţilor elementare în polimerul respectiv nu poate fi oricare. În acest sens nu se pot lua în considerare decît acele substanţe polimere care au o aranjare liniară a macromoleculelor, numită *filiformă*.

Scanned with OKEN Scanner

Așezarea filiformă, ordonată, a macromoleculelor permite legături durabile care duc la o structură compactă.

O condiție esențială pentru a se putea realiza fibre prin procedee industriale este ca polimerul ales să poată fi adus în soluție, fiind solubil într-un dizolvant convenabil, direct sau printr-o modificare chimică, sau să poată fi topit și modelat sub formă de fibră. Cu aceste indicații preliminare se poate ajunge la definirea noțiunii de *fibră*.

O fibră, indiferent de proveniența sa, este alcătuită dintr-un polimer macromolecular filiform, care trebuie să prezinte toate proprietățile fizice, chimice și mecanice necesare pentru a fi utilizată în scop textil.

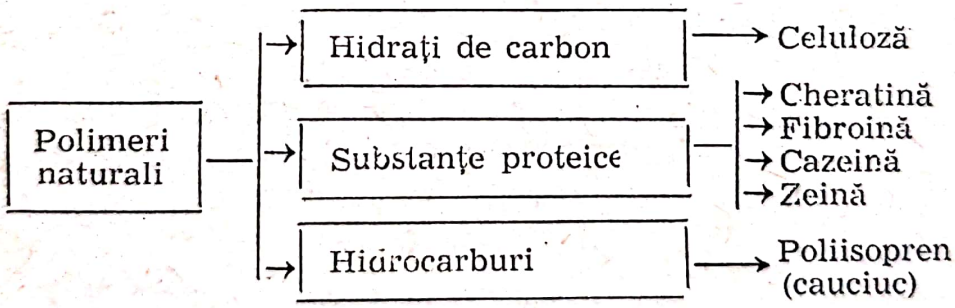
Fibrele textile. Acestea se pot clasifica după mai multe criterii, cea mai importantă și utilizată în practică fiind clasificarea după natura lor.

Fibrele textile se clasifică, după natura și originea lor, în două clase mari și anume : *fibre naturale* și *fibre chimice.*

Fibrele naturale sînt alcătuite din polimeri naturali care, datorită faptului că au formă de fibră, pot fi utilizați direct.

Fibrele naturale pot fi de mai multe tipuri, în funcție de natura polimerului care alcătuiește fibra.

În natură sînt cunoscuți următorii polimeri naturali, care intră în compoziția diferitelor fibre :



Fibrele naturale pot fi, după originea lor, *vegetale* și *animale.* Celuloza este cel mai răspîndit polimer înalt natural care se găsește în alcătuirea tuturor fibrelor vegetale. Ea este reprezentată prin următoarea formulă brută : $(C_6U_{10}O_5)_n$.

Un polimer asemănător este amidonul, cu aceeași formulă brută cu a celulozei, care însă nu este capabil să formeze fibre, întrucît prezintă în loc de structură filiformă o structură așa-numită granulară.

Scanned with OKEN Scanner

Fibrele naturale vegetale : bumbacul, inul, cînepa, iuta etc., datorită proprietăţilor textile remarcabile, nu şi-au pierdut din importanţă, deşi se folosesc de foarte mult timp.

Fibrele naturale de origine animală sînt alcătuite din substanţe proteice (proteine) care formează polimerul de bază.

Una dintre cele mai răspîndite proteine în natură, care se regăseşte în fibrele naturale, este *cheratina,* substanţă care intră în compoziţia lînii, a părului animalelor, a unghiilor etc. *Fibroina* şi *sericina* sînt produse de viermele de mătase, care alcătuieşte mătasea naturală crudă. După ce sericina, existentă în proporţie de 25%, este îndepărtată prin spălare, se obţine mătasea naturală finită compusă numai din fibroină.

Fibrele chimice sînt fibrele textile obţinute prin procedee chimice, plecîndu-se de la polimeri naturali sau polimeri sintetizaţi chimic.

Fibrele chimice se împart, după natura polimerului care constituie fibra, în două mari subclase :

— fibre chimice din polimeri naturali (artificiale) ;

— fibre chimice din polimeri sintetic (sintetice).

Polimerii naturali folosiţi pentru obţinerea fibrelor şi firelor chimice sînt de aceeaşi natură chimică cu polimerii existenţi în fibrele naturale, în general, celuloza şi proteinele.

În cazul fibrelor chimice, aceşti polimeri, care reprezintă materia primă, se obţin prin procedee chimice din diferite surse din natură, avînd o gamă mai variată decît polimerii din fibrele naturale.

Celuloza se poate extrage din diferite surse : *lemn, stuf, plante diferite,* iar proteinele pot fi extrase din *produse vegetale* ca : zeina (din porumb), proteina din soia, şi din produse *animale,* ca de exemplu, cazeina (din lapte).

Fibrele obţinute din polimeri naturali prin diferite procedee chimice se numesc *fibre artificiale.*

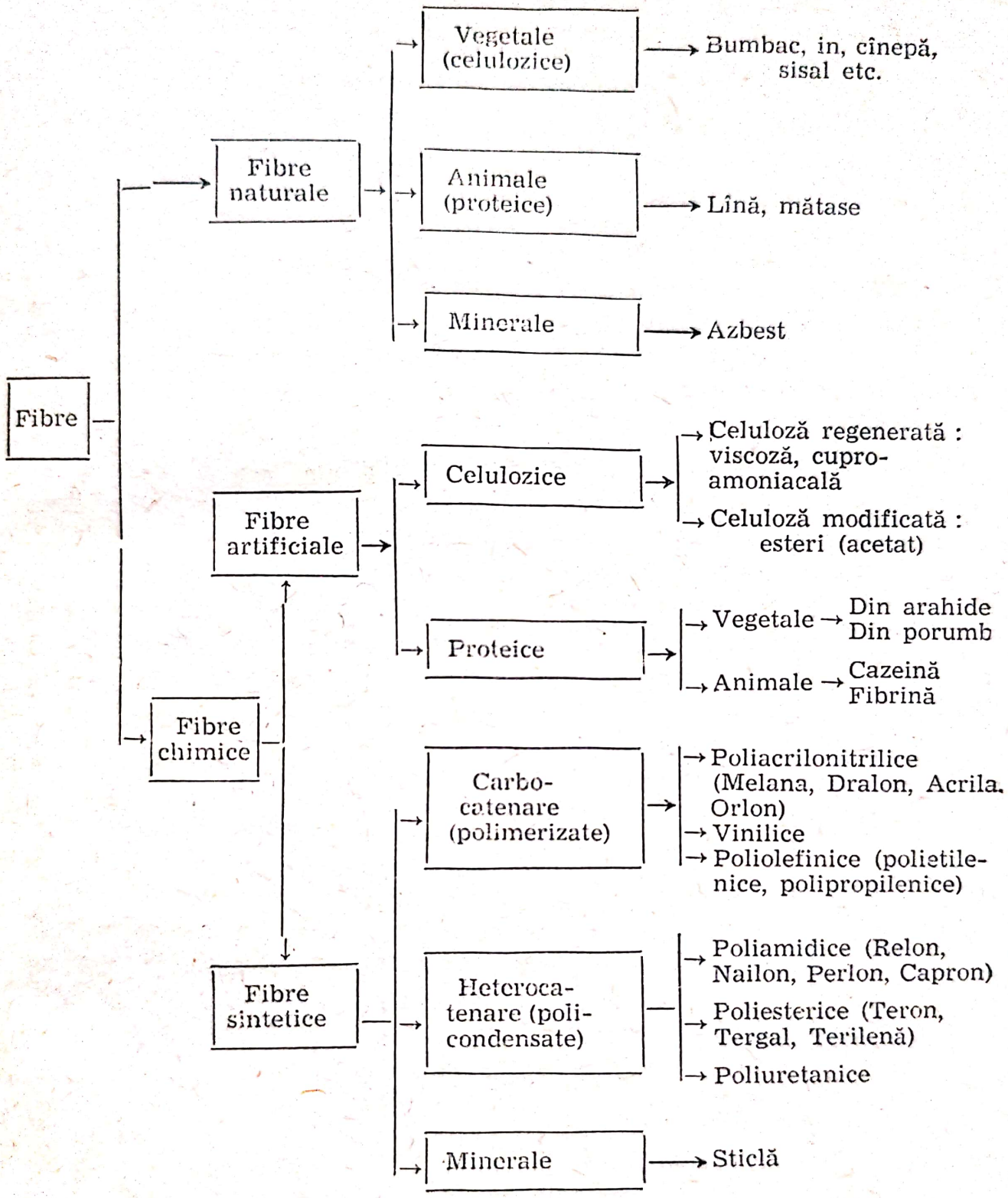
Fibrele obţinute din polimeri sintetici se numesc *fibre sintetice.*

Fibrele sintetice se împart, după procedeul de obţinere al polimerului, în : polimerizate şi policondensate, fiecare cuprinzînd mai multe familii de fibre.

În mod excepţional, fibra de sticlă, deşi este un produs anorganic, face parte din această categorie de fibre.

O clasificare generală a fibrelor este prezentată în schema următoare.

Scanned with OKEN Scanner



Mai pot fi făcute și alte clasificări după criterii teoretice bazate pe structura polimerului sau după anumite proprietăți pe care le prezintă, ceea ce constituie clasificarea tehnică, aspecte care vor fi explicate la fiecare familie de fibre.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul III

NOȚIUNI TEORETICE DE BAZĂ

A. NOȚIUNI GENERALE

1. MONOMERI

Prin *monomer* se înțelege substanța de bază care, în urma unui proces chimic, special, se poate transforma într-un produs macromolecular cu proprietăți noi, formînd unitățile structurale din acest nou produs.

Analizînd noțiunea de monomer, se poate constata că este un cuvînt format din : *mono* = unitate (singur) și *mer* = parte, deci reprezintă o singură parte sau o unitate moleculară.

Această definiție este legată de capacitatea unor substanțe de a se transforma în substanțe cu proprietăți noi, alcătuite dintr-un multiplu al moleculei unitare, respectiv al unității structurale, care se numește, după același criteriu de mai sus, *polimer* (*poli* = mai multe).

Exemple de monomeri :

Denumirea	Formula chimică
Clorura de vinil	$H_2C=CH$ | Cl
Acetatul de vinil	$H_3C—COO—CH=CH_2$
Caprolactama	$\begin{matrix} H_2C—CH_2—CH_2 \\ \vert \\ H_2C—CH_2—CO \end{matrix} \Big\rangle NH$
Acrilonitrilul	$H_2C=CH$ | CH
Etilena	$CH_2=CH_2$

Substanțele monomere capabile să formeze polimeri în urma unui proces de polimerizare sînt, în general, următoarele :

— compușii nesaturați cu diferite grade de nesaturare ;

— compușii cu duble legături la atomi diferiți de atomul de carbon ; din această cauză polimerii rezultați se numesc *polimeri eterogeni ;*

— compușii cu caracter de ciclu care formează polimeri.

Viteza de polimerizare a monomerilor depinde de structura lor.

2. COMONOMERI

Comonomerul este o substanță cu aceeași acțiune ca a unui monomer obișnuit care se utilizează alături de monomerul de bază, simultan, în procesul de formare al polimerului.

Introducerea comonomerilor pe lîngă monomerul de bază are, în general, scopul de a se aduce o îmbunătățire calitativă produsului sau de a influența favorabil o anumită fază a procesului.

Aceste substanțe, în calitate de comonomeri, se utilizează în procente mici față de monomerul principal, însă iau parte împreună la procesul de transformare în polimer, astfel încît în lanțul macromolecular format se găsesc la anumite intervale verigi ale comonomerului respectiv, care conferă o anumită structură polimerului.

3. POLIMERI

Polimerii sînt substanțe ale căror molecule sînt constituite prin unirea mai multor molecule de monomeri.

Pentru obținerea polimerilor filabili și a polimerilor pentru materiale plastice se cunosc mai multe tipuri de reacție, și anume : *polimerizarea, copolimerizarea, policondensarea, copolicondensarea,* care se realizează industrial după diferite tehnologii legate de proprietățile specifice ale monomerilor de bază, care sînt transformați în polimeri prin unul din aceste procedee.

4. POLIMERIZAREA

Polimerizarea este reacția prin care se unesc mai multe molecule monomere, fără să fie însoțite de produse secundare. Din mai multe molecule de monomer se formează o macromoleculă de polimer a cărui masă moleculară M este egală cu masa moleculară a monomerului m, înmulțită cu numărul de unități structurale n din lanțul polimerului ;

$$M = m \cdot n$$

Scanned with OKEN Scanner

Expresia generală a procesului de polimerizare este :

$$nA \rightarrow (A)_n$$

în care A este substanţa monomeră (monomerul).

Polimerizarea este mecanismul de reacţie cel mai răspîndit pentru obţinerea compuşilor macromoleculari sintetici.

Reacţia de polimerizare are loc în condiţii diferite, după caz.

Macromoleculele polimerului conţin catene lungi rezultate din legarea cap la cap a moleculelor, motiv pentru care se numesc macromolecule *liniare* sau *filiforme,* iar procesul se numeşte *polimerizare în lanţ :*

$$nH_2C{=}\underset{\underset{CN}{|}}{CH} \rightarrow -CH_2-\underset{\underset{CN}{|}}{CH}-CH_2-\underset{\underset{CN}{|}}{CH}-CH_2-\underset{\underset{CN}{|}}{CH}-$$

Acrilonitril (monomer) *Poliacrilonitril* (polimer filiform).

Denumirea polimerului respectiv se obţine adăugînd prefixul „poli" la numele substanţei monomere, expresie care arată imediat compoziţia chimică a produsului ; de exemplu *policlorura de vinil* = = polimerul clorurii de vinil ; *poliacetatul de vinil* = polimerul corespunzător acetatului de vinil ; *policarprolactama* = polimerul obţinut din caprolactamă.

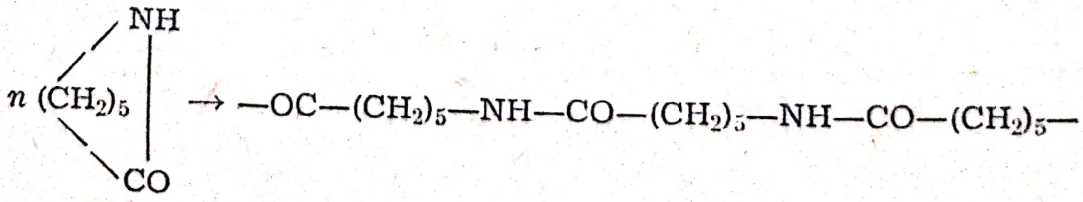
Se pot obţine polimeri din substanţe saturate care nu prezintă legături duble sau triple. Acest tip de polimerizare este posibil la substanţe care au dubla legătură la alţi atomi decît carbonul, ca : atomi de oxigen, sulf, azot, care prin polimerizare duc la *polimeri liniari eterogeni,* datorită faptului că legăturile verigilor din lanţul polimerului se fac între atomii diferiţi.

De exemplu :

$$nCH_2O \rightarrow -CH_2-O-CH_2-O-CH_2-O-$$

Formaldehida *Poliformaldehida*

Obţinerea polimerului prin polimerizare în lanţ, pornind de la compuşi saturaţi, este posibilă şi în cazul substanţelor cu structură ciclică, cum este caprolactama, care prin deschiderea ciclului formează un polimer liniar eterogen, cu legături între carbon şi azot cu formarea policaprolactamei :



Ciclul lactamei *Policaprolactama*

Procesul de polimerizare în lanț se caracterizează prin trei momente corespunzătoare a trei reacții de bază :

— formarea centrelor active, ceea ce se numește mai simplu *inițierea ;*

— propagarea sau creșterea lanțului ;

— întreruperea lanțului.

Pentru obținerea industrială a polimerilor se aplică următoarele procedee de bază în diferite variante.

Polimerizarea în bloc sau în masă solidă, după forma vasului la care are loc operația. Acest procedeu este utilizat și pentru obținerea materialelor plastice pentru diferite piese.

Polimerizarea în soluție este polimerizarea într-un dizolvant al monomerului care, în același timp, este și dizolvantul polimerului, obținîndu-se direct o soluție de polimer corespunzătoare pentru filare.

Polimerizarea în suspensie se realizează într-un mediu care este dizolvant pentru monomer și nedizolvant pentru polimer, care duce la precipitarea polimerului format.

Polimerizarea în emulsie este operația prin care, pentru obținerea dispersiei de monomer, în cazul în care monomerul și polimerul sînt insolubili în apă, se adaugă un emulgator corespunzător în timpul polimerizării.

Mecanismul reacțiilor de polimerizare este studiat pentru fiecare caz în parte prin relații matematice care stau la baza cunoașterii și introducerii proceselor industriale.

După mecanismul procesului chimic pentru sinteza polimerilor se cunosc mai multe tipuri de polimerizări, care au aplicație industrială ca : *polimerizarea radicală, polimerizarea stereospecifică, polimerizarea anionică, polimerizarea hidrolitică* etc.

5. COPOLIMERIZAREA

O substanță polimerizabilă poate fi în anumite cazuri monomer de bază și în alte cazuri comonomer, în funcție de combinația și de cazul respectiv.

Ca exemplu în acest sens se poate da acetatul de vinil, care poate fi comonomer, în polimerizarea cu acrilonitril sau cu clorura de vinil și monomer, la obținerea poliacetatului de vinil.

În cazul în care un polimer are la bază doi monomeri se numește *polimer binar.* În multe cazuri este necesar, pentru obținerea unui polimer cu anumite proprietăți, folosîrea a trei sau patru monomeri.

Scanned with OKEN Scanner

Polimerii în compoziția cărora intră trei monomeri se numesc *polimeri ternari*. Procesul de obținere a unui polimer binar sau ternar se numește *copolimerizare*.

Copolimerizarea este deci procesul de polimerizare comună a doi sau mai mulți monomeri diferiți.

Compușii macromoleculari obținuți în acest caz se numesc *copolimeri*.

Capacitatea de reacție a monomerilor în cazul polimerizării separate se deosebește de capacitatea de reacție în copolimerizare. Viteza de reacție a monomerilor în copolimerizare depinde de natura celui de-al doilea component.

Există substanțe care nu polimerizează singure, însă polimerizează foarte ușor în prezența altor compuși.

În alegerea comonomerilor trebuie să se țină seama de activitățile reciproce măsurate prin *constantele de copolimerizare* care sînt caracteristice pentru fiecare pereche de monomeri, și care se notează curent cu r_1 și r_2.

Pentru o bună copolimerizare se recomandă ca produsul $r_1 \cdot r_2$ dintre constantele de polimerizare a reactanților să fie mai mic decît unitatea și cît mai aproape de zero.

În cazul selecționării monomerilor după acest criteriu, se obține în copolimer o alternare regulată a celor două componente.

Substanțele monomere și comonomere pot aparține mai multor clase de compuși organici, ca de exemplu : hidrocarburi, acizi nesaturați monobazici și bibazici, esteri, amide etc.

6. POLICONDENSAREA

Policondensarea este reacția dintre monomerii reactanți, care se desfășoară cu eliminarea de molecule simple : apă, alcool, amoniac, acid etc.

Grupa policondensatelor, numită și *policondensate liniare*, cuprinde o categorie principală de fibre sintetice, iar față de definiția de mai înainte, în această categorie se încadrează și alți polimeri rezultați prin poliadiție sau prin polimerizarea ciclului (coprolactama).

Caracteristicile comune ale policondensatelor sînt :

— policondensatele duc la polimeri eterogeni care filează din topitură ;

— policondensarea este caracteristică pentru substanțele care au în compoziția lor grupe funcționale ;

Scanned with OKEN Scanner

— procesul de policondensare la care participă moleculele omogene se numește *homopolicondensare ;*

— procesul de policondensare la care participă molecule diferite se numește *heteropolicondensare.*

7. COPOLICONDENSAREA

Dacă în operația de policondensare se pornește de la monomeri diferiți, în mod analog cu copolimerizarea, procesul se numește *copolicondensare* și este larg folosit pentru îmbunătățirea proprietăților fibrelor sintetice, întrucît produsul rezultat din amestecul monomeri prezintă caracteristici diferite față de fiecare monomer separat.

8. MASA MOLECULARĂ

Substanțele chimice capabile să fie transformate în fire trebuie să fie alcătuite, după cum s-a mai explicat, din molecule mari, denumite macromolecule.

Trecerea de la un compus cu masă moleculară mică la compuși macromoleculari are loc cu schimbarea calitativă a proprietăților, odată cu schimbarea masei moleculare.

Prin *masa moleculară* a unui polimer se înțelege suma masei moleculare a unităților structurale din lanțul polimerului. Valoarea masei moleculare crește cu cît lanțul substanței formate se compune din mai multe unități structurale. Această valoare M, numită curent *masă moleculară medie,* este una dintre cele mai importante caracteristici pentru procesul de producție a compusului care constituie fibra sintetică.

Menținerea cît mai constantă a masei moleculare față de limita stabilită asigură omogenitatea producției și o comportare constantă pe fazele de fabricație.

La o masă moleculară mică corespunde un număr mic de unități structurale.

Ordinul de mărime al masei moleculare poate fi foarte variat de la un polimer la altul, depinzînd de natura polimerului și de utilizarea sa. Exemple de mase moleculare pentru diferite tipuri de polimeri sînt date în tabelul 1.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 1

Valori de mase moleculare pentru diferiţi polimeri

Tipul de polimer	Monomerul de bază	Masa moleculară a monomerului, m	Masa moleculară a polimerului, M
Policaprolactama (filabilă)	Caprolactama $NH-(CH_2)_5-CO$	113	15 000— 25 000
Policrilonitrilul (fiabil)	Acrilonitrilul $CH_2=CH$ | CN	53	40 000—100 000
Polietilena	Etilena $CH_2=CH_2$	28 (14)	140—200 000
Policlorura de vinil	Clorura de vinil $CH_2=CH$ | Cl	62,5	60 000—80 000
Polistirenul	Stirenul $CH_2=CH$ | C_6H_5	104	100 000
Poliacrilamida	Acrilamida $CH_2=CH-$ $-CONH_2$	70	pînă la 5 000 000
Celuloza din lemn	Glucoza $(C_6H_{10}O_5)$	162	162 000
Celuloza naturală	Glucoza $(C_6H_{10}O_5)$	162	300 000

9. GRADUL DE POLIMERIZARE

Pentru a se defini noţiunea de *grad de polimerizare* a unui polimer natural sau sintetic, este necesară precizarea că numărul de unităţi structurale care alcătuiesc lanţul macromolecular variază

Scanned with OKEN Scanner

de la un tip de polimer la altul și chiar pentru același polimer, în funcție de condițiile operațiilor de transformare în polimer sau pentru cazul polimerilor naturali în funcție de condițiile în care s-au format și dezvoltat.

Pentru orice tip de polimer capabil să fie transformat în fibre există numai un anumit domeniu de masă moleculară care trebuie cunoscut și respectat riguros pentru obținerea unui produs cu caracteristici normale și constante.

Cunoscînd masa moleculară a unui tip de polimer și făcînd raportul dintre aceasta și masa moleculară a unei unități structurale se obține o valoare numită *grad de polimerizare*. Aceasta se poate defini ca expresia cantitativă a unităților structurale din polimerul respectiv, mai exact numărul acestora. De obicei, gradul de polimerizare se notează cu P și este una dintre valorile care caracterizează polimerul. El se exprimă prin raportul dintre masa moleculară a polimerului M și masa moleculară a monomerului m :

$$\frac{M}{m} = P$$

În tabelul 2 se dau exemple de valori ale masei moleculare M și ale gradului de polimerizare P, pentru diferite celuloze (polimeri naturali).

Tabelul 2

Valori ale masei moleculare și ale gradului de polimerizare pentru diferite celuloze

Tipul de celuloză	Masa moleculară, M	Gradul de polimerizare P
Celuloză de bumbac	570 000	3 500
Linters curățat	150 000—500 000	1 000—3 000
Celuloză din lemn	90 000—150 000	550— 920
Celuloză regenerată	30 000— 90 000	200— 600
β-Celuloză	3 000— 15 000	15— 90
γ-Celuloză	minimum 3 000	15

De exemplu glucoza, care este unitatea structurală a celulozei, are masa moleculară $m = 162$. Deci, pentru o celuloză cu masă moleculară 570 000 se obține raportul :

$$P = \frac{57\,0000}{162} = 3\,500,$$

Scanned with OKEN Scanner

care este gradul de polimerizare a celulozei respective. Un alt exemplu, pentru un polimer sintetic, policaprolactama are o valoare M în cazul polimerului pentru fire de circa 20 000. Monomerul respectiv este caprolactama care are o masă moleculară $m = 113$. Rezultă pentru gradul de polimerizare valoarea :

$$P = \frac{20\,000}{113} = 177.$$

Din aceste exemple se poate vedea că valoarea lui P diferă după categoria de polimer, cu diferite ordine de mărime.

În cadrul aceluiași tip de polimer, în practică, interesează în mod deosebit ca variațiile valorii P să fie cît mai mici. Uneori gradul de polimerizare P este notat cu n și acesta este cazul cînd se reprezintă formula restrînsă a polimerului, de exemplu $(C_6H_{10}O_5)_n$, $[NH(CH_2)_5CO]_n$.

10. POLIDISPERSIA MOLECULARĂ. POLIMERI OMOLOGI

Masa moleculară medie a unui polimer nu caracterizează decît informativ polimerul. Se poate obține aceeași masă moleculară medie pentru polimeri cu structură mult diferită care se pun în evidență prin comportarea în fabricație. Polimerii, în general, nu sînt substanțe omogene, ci sînt alcătuite dintr-un amestec de polimeri cu diferite mase moleculare, existente în proporții variate. Orice polimer poate fi divizat în mai multe fracțiuni cu mase moleculare diferite. Participarea cantitativă a fiecărei fracțiuni și valoarea masei moleculare a fiecărei fracțiuni determină masa moleculară medie.

Fracțiunile moleculare existente în masa polimerului se numesc *polimer-omologi.*

Variația și distribuția masei moleculare componente se numește *polidispersie,* iar reprezentarea grafică a masei moleculare componente, în funcție de proporția fiecărei fracțiuni, se numește în terminologia curentă *diagramă de polidispersie moleculară* sau *diagramă de distribuție a masei moleculare.*

Un polimer este cu atît mai corespunzător, cu cît cea mai mare parte din fracțiunile polimer-omologe se apropie ca valoare de masa moleculară medie.

Metodele de obținere a fracțiunilor necesită, în practică, o tehnică specială și se utilizează mai mult pentru cercetarea proceselor tehnologice.

Scanned with OKEN Scanner

Numărul fracțiunilor poate fi mai mare sau mai mic, după cum este necesar și după greutățile de separare, întrucît orice fracțiune la rîndul ei s-ar putea fracționa în continuare.

11. GRUPELE TERMINALE ALE POLIMERILOR

Grupele terminale sînt acele grupe care sînt situate la capetele lanțului macromoleculelor. Se mai numesc *grupe finale* sau *marginale*. Natura lor funcțională este determinată de compoziția polimerului, de procedeul de polimerizare folosit, de tipul inițiatorului și al stabilizatorului și de alte condiții specifice operației de formare a polimerului.

Aceste grupe terminale pot participa la diferite reacții între macromolecule. Ele îndeplinesc un rol important în majoritatea cazurilor, întrucît, în general acestea sînt grupe reactive, care conferă capacitatea de vopsire pentru anumite categorii de coloranți pe care-i fixează prin reacții chimice pe fibră.

Cunoscînd numărul de grupe terminale se poate calcula masa moleculară a polimerului.

După funcția chimică, aceste grupe terminale pot fi diferite. Policaprolactama prezintă la capetele macromoleculelor grupe acide (carboxil COOH) și grupele bazice (aminice NH_2).

Poliesterii prezintă la capetele polimerului grupe terminale alcoolice (hidroxil OH) și grupe acide (carboxil COOH)..

Celuloza are grupe terminale aldehidice (CHO) și hidroxilice (OH).

12. INIȚIATORI ȘI CATALIZATORI

Inițiatorii sînt substanțe organice sau anorganice, care sînt utilizate în procesele de polimerizare și care îndeplinesc funcția de inițiere a procesului de polimerizare. Fără inițiatori, reacția de polimerizare nu se petrece sau se petrece într-un timp foarte lung, ceea ce nu este interesant pentru industrializare.

Perioada în care, sub acțiunea inițiatorului, se începe desfășurarea procesului de polimerizare se numește *„inducție"* și ea depinde de activitatea fiecăruia, în condițiile monomerilor în cauză.

Inițiatorii pot fi substanțe unitare sau pot fi formați din mai multe substanțe, în funcție de mecanismul și tehnologia aplicată. În unele cazuri sistemele de inițiere conțin și cantități mici, în raport cu inițiatorii, de substanțe care au proprietatea de a reduce

Scanned with OKEN Scanner

perioada de inducţie, modificînd procesul cu avantaje tehnico-economice, cunoscute sub denumirea de *„promotori"*.

Catalizatorii, după definiţia generală, sînt substanţe prezente într-un proces, în care nu iau parte la reacţiile respective, dar fără de care reacţia nu are loc.

În acelaşi mod, catalizatorii de polimerizare pot fi substanţe sau sisteme catalitice complexe care asigură desfăşurarea polimerizării pe tot procesul, în funcţie de mecanismul respectiv.

Sînt cunoscute produse care pot fi iniţiatori şi catalizatori într-un proces de polimerizare. De activitatea catalizatorilor depind productivitatea şi randamentele operaţiilor de polimerizare.

13. STABILIZATORI

Stabilizatori de catenă. În procesele de polimerizare este necesar să se lucreze în condiţii care să asigure în final un polimer cu o masă moleculară convenabilă şi constantă.

Pentru reglarea lungimii lanţului macromolecular se introduc, în timpul operaţiei de polimerizare, substanţe ajutătoare în reglarea procesului, avînd rolul de a limita desfăşurarea polimerizării pînă la un anumit stadiu, care să asigure masa moleculară necesară.

Aceste substanţe, care funcţionează ca regulatori ai masei moleculare, se numesc *stabilizatori de catenă*. Ei se introduc înainte de polimerizare în masa monomerului într-o anumită proporţie, foarte riguros controlată, întrucît de această dozare depinde omogenitatea polimerului.

Stabilizatori termici. Comportarea la temperatură a polimerilor este determinată de proprietăţile specifice unei anumite categorii de polimeri. În general, se poate spune că sînt sensibili la temperaturi în diferite faze ale procesului de prelucrare sau la utilizare, în funcţie de destinaţia fibrelor respective.

Pentru aceasta, se obişnuieşte utilizarea unor substanţe care au rolul de a îmbunătăţi sau a împiedica degradarea produselor polimere sub acţiunea temperaturilor. Aceste substanţe se numesc *stabilizatori termici*.

Stabilizatori de lumină. Unele clase de polimeri sintetici, cum sînt poliamidele, prezintă mare sensibilitate la acţiunea luminii, suferind o degradare rapidă care înrăutăţeşte proprietăţile produsului.

Pentru înlăturarea acestui inconvenient se introduc în polimer substanţe chimice care pot crea rezistenţă faţă de acţiunea luminii. Aceste substanţe care au proprietatea de a ameliora rezistenţa la lumină a fibrelor sintetice se numesc *stabilizatori de lumină*.

Scanned with OKEN Scanner

14. DEPOLIMERIZAREA

Depolimerizarea este reacţia inversă reacţiei de polimerizare, prin care se ajunge la un polimer cu masă moleculară mai mică faţă de cel iniţial sau se poate ajunge cantitativ la monomerul de bază.

Este posibilă depolimerizarea totală a unui polimer în anumite condiţii, cu observaţia că nu toate categoriile de polimer se pretează la depolimerizare.

În practică, această operaţie este interesantă numai pentru realizarea reducerii masei moleculare a unui polimer natural care nu este corespunzător prin filare, şi trebuie adus la valoarea necesară.

De asemenea, poate fi utilizat procesul de depolimerizare atunci cînd se urmăreşte valorificarea diferitelor deşeuri de fabricaţie.

15. DIZOLVANŢI

În acest domeniu, noţiunea de dizolvant are acelaşi sens general, definindu-se ca substanţa care are proprietatea de a trece în soluţie (de a dizolva) un polimer fără a-i modifica compoziţia şi proprietăţile.

Dizolvanţii care au acţiune de dizolvare numai a unui tip de polimer se numesc *dizolvanţi specifici.* Pentru alegerea dizolvantului de filare, cea mai mare importanţă în practică o are cunoaşterea proprietăţilor dizolvanţilor şi comportarea la dizolvare a polimerilor faţă de anumiţi dizolvanţi. Aceasta este necesar în cazul în care un anumit polimer nu se pretează la filarea din topitură. Pentru a se trece polimerul într-o formă filabilă se foloseşte un dizolvant al polimerului cu care acesta formează o soluţie vîscoasă, care se poate fila prin diferite procedee, transformîndu-se în fibre.

De exemplu, poliacrilonitrilul, care la încălzire se descompune şi nu se poate topi, se dizolvă în dizolvanţi ca : dimetil-formamida, dimetil-acetamida, carbonatul de etilenă, clorura de zinc, dimetil-sulfoxidul etc., cu care formează soluţii filabile.

Poliamidele se dizolvă în fenoli, cresoli, acizi concentraţi.

16. GONFLAREA

Gonflarea este procesul la care este supusă fibra sau polimerul, sub acţiunea unei substanţe care produce umflarea fără dizolvare. Uneori dizolvanţii cunoscuţi, utilizaţi în procente mici într-un di-

Scanned with OKEN Scanner

luant, au acțiune de gonflare ca urmare a unui proces incipient de dizolvare. Fenomenul de gonflare este folosit în diferite scopuri, în tratamente speciale la finisarea produselor.

B. NOȚIUNI SPECIFICE FLUXULUI TEHNOLOGIC GENERAL

1. NOȚIUNI GENERALE DESPRE FILARE. PROCEDEE DE FILARE

Procesul de filare, în general, este operația prin care polimerul este transformat în fire și fibre.

Prin *fir* se înțelege produsul filat și depus pe o bobină fără întrerupere în lungimea sa, motiv pentru care se numesc *fire continue*.

Firul continuu este alcătuit dintr-un mănunchi de fire mai subțiri numite *filamente*.

Fibrele scurte sînt filate în mod similar dar sînt tăiate în procesul tehnologic la diferite lungimi, formînd puf asemănător cu lîna sau cu bumbacul.

În funcție de faptul dacă polimerii filabili sînt topiți sau dizolvați, se utilizează procedeele de filare din topitură și din soluție.

Filarea din topitură se aplică fibrelor poliamidice, poliesterice etc. Prin acest procedeu, la o temperatură superioară punctului de topire, întreaga masă a polimerului este presată prin orificii fine, iar prin diferența de temperatură se solidifică și rămîne sub formă de filament, trecînd astfel la starea de fibră. Comportarea la filare depinde de omogenitatea polimerului și de tehnologia filării.

Filarea din soluție se aplică polimerilor care nu se pot topi și care se transformă într-o masă lichidă omogenă prin dizolvare într-un dizolvant adecvat. Soluția de polimer este presată, de asemenea, prin orificii fine, pentru a lua forma de filamente, cu deosebirea că în acest caz diferența de temperatură nu este suficientă pentru a solidifica produsul proaspăt, ci trebuie creată condiția de insolubililizare, adică de îndepărtare a dizolvantului, pentru a se forma filamentul solid, uneori cu ajutorul unor reacții chimice. Calitatea soluției de filare este determinată de omogenitatea dizolvării, ceea ce se numește în mod curent *echilibrul de dizolvare*.

Scanned with OKEN Scanner

Totalitatea proprietăţilor unui polimer sau soluţii de polimer, care caracterizează capacitatea de a se transforma în fire sau în fibre în urma unui proces de filare, se numeşte *filabilitate*. Această caracteristică derivă din proprietăţile generale ale polimerilor şi din condiţiile tehnologice în care se prevede efectuarea operaţiei.

2. ORGANELE MAŞINII DE FILAT

Extruderul. Extruderul este aparatul utilizat de tehnica actuală la filarea polimerilor din topitură. Aparatul execută, în proces continuu, topirea granulelor de polimer, omogenizarea şi presarea topiturii în grinda de filare. Extruderul este de fapt un şnec (melc) (fig. 1) confecţionat dintr-un oţel special care nu se modifică la variaţii de temperatură şi presiune. Încălzirea se realizează atît electric cît şi prin agent termic (difil), în funcţie de firma constructoare şi tipul de polimer pentru care este utilizat. În general ,extruderul are mai multe zone de încălzire (3—5), maximum de temperatură fiind, de obicei, în zona de mijloc.

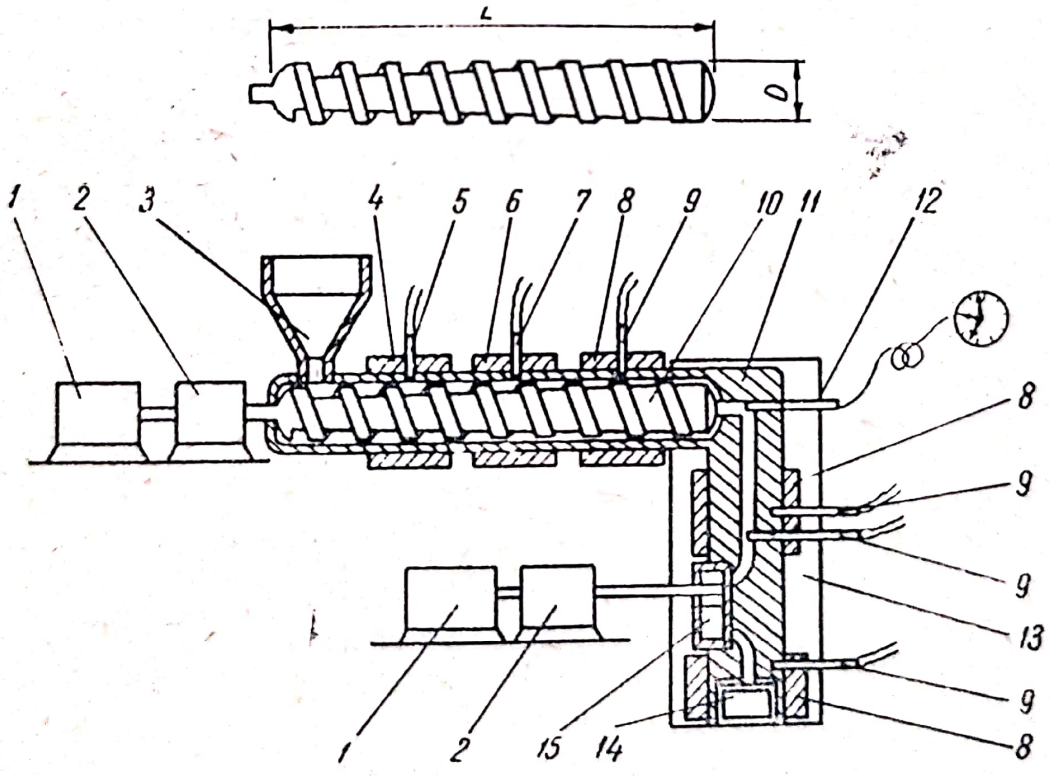


Fig. 1. Schema generală a unui extruder :

1 — motor de antrenare ; *2* — variator de turaţie ; *3* — pîlnie de alimentare ; *4* — rezistenţă de încălzire ; *5, 7, 9* — termometru cu rezistenţă de platină ; *6, 8* — rezistenţă de încălzire ; *10* — şnec de alimentare ; *11* — cap de filare ; *12* — palpator de presiune ; *13* — izolaţie cap de filare ; *14* — blocul filierei ; *15* — pompetă dozatoare.

Scanned with OKEN Scanner

Extruderele se construiesc de diferite dimensiuni, în funcţie de debitul necesar pentru topitură (determinat de numărul de filiere pe care le alimentează şi de grosimea firului filat).

Între diametrul D şi lungimea şnecului există relaţii de dependenţă, lungimea fiind întotdeauna un multiplu al lui D.

Se cunosc extrudere cu diametrul şnecului de 30—150 mm şi lungimea de douăzeci sau douăzeci şi patru ori mai mare ca diametru ($L = 20\ D$; $L = 24\ D$). Turaţia şnecului este reglabilă, fiind cuprinsă între 20 şi 120 rot/mit.

Comanda extruderului (temperaturi, turaţie, presiune, debit, topitură) este automatizată.

Primele aparate folosite în industria de fibre chimice au fost construite cu posibilitatea de rotire a şnecului în plan vertical, fiind denumite extrudere verticale.

În prezent extruderul orizontal de diferite dimensiuni este folosit în exclusivitate în filaturile moderne de fibre poliamidice, poliesterice şi polipropilenice.

Filiera. Filiera este dispozitivul principal al locului de filat, montată la maşina de filat. Ea primeşte dintr-o parte topitura de polimer sau soluţia de polimer, care se repartizează egal prin orificiile sale, şi în partea opusă se transformă în filamente, fiecare filament corespunzînd unui orificiu de filieră.

Topitura sau soluţia de filare este presată prin filieră pentru a luat forma de filament. Filiera a fost construită prin asimilare cu viermele de mătase şi se mai numeşete *duză de filat*. Filierele care se utilizează la filare pot fi de diferite forme şi construite din diferite aliaje (fig. 2). Ele se fixează la locul de filare prin monturi speciale pentru fiecare tip de filieră.

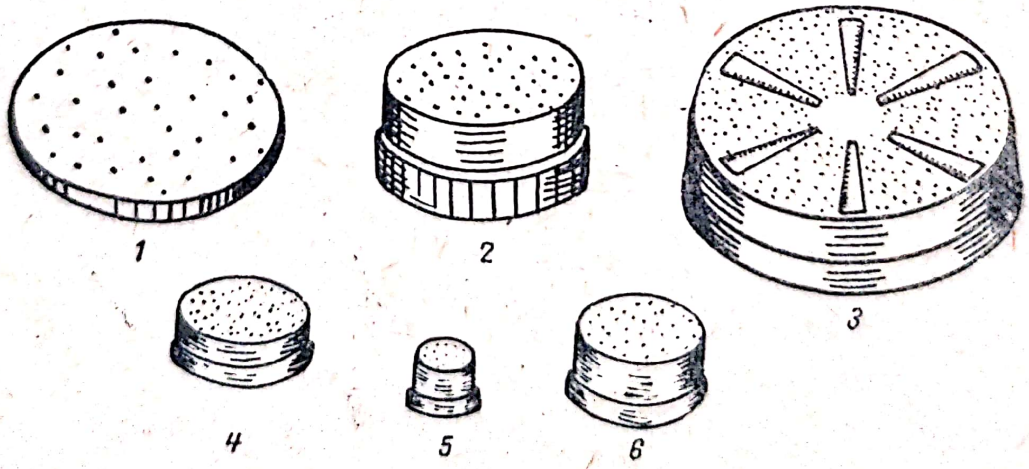


Fig. 2. Tipuri de filiere :
1 — pentru filarea din topitură ; *2* — pentru fibre cuproamoniacale ; *3* — pentru celofibră cu $P = 12\,000$; *4* — pentru celofibră cu $P = 20\,000$; *5* — pentru mătase ; *6* — pentru fibre cord.

Scanned with OKEN Scanner

Orificiile sînt distribuite pe placă în formă radială sau în grupe. Un orificiu corespunde unui filament și are diametrul de 0,05—0,8 mm.

Numărul de orificii și diametrul orificiilor unei filiere variază cu sortimentul de fir sau de fibră care se produce.

Întreținerea și îngrijirea filierelor este una din operațiile de bază pentru bunul mers al fabricației.

În fig. 2 sînt reprezentate diferite tipuri de filiere.

Pompeta de filat. Pompeta de filat sau pompeta dozatoare face parte din organele importante ale mașinii de filat.

Prin pompeta de filat se alimentează la fiecare filieră cantitatea de polimer topit sau de soluție de polimer perfect constantă, calculată pentru dimensiunea de filament solicitată sau dimensiunea firului în cazul firelor continue. Există două tipuri de pompete de filat : cu piston și cu roți dințate.

În industria fibrelor chimice se folosesc aproape exclusiv pompete de filat cu roți dințate, construite cu mare precizie. Pompetele sînt verificate permanent pentru a asigura uniformitatea firului filat.

Întreținerea și curățirea pompetelor este o problemă de aceeași importanță în practică ca și întreținerea filierelor.

În fig. 3 este reprezentată o pompetă de filat.

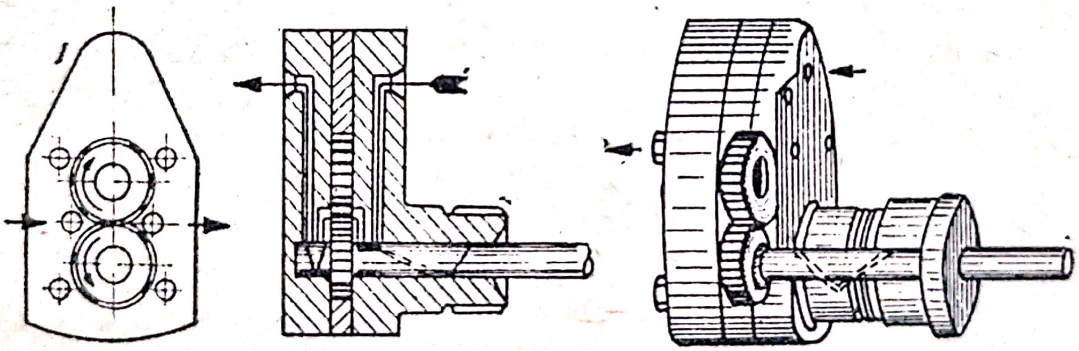


Fig. 3. Pompetă de filat cu roți dințate.

Debitul pompetei necesar pentru un anumit fir se calculează cu formula :

$$D = \frac{TV}{9\,000},$$

în care : D este debitul de topitură sau de soluție de filare, în g/min ;

T — timpul de filare ;

V — viteza de tragere, în m/min.

Scanned with OKEN Scanner

Cunoscînd d — debitul specific al pompetei (ex. 1,2 —3 cm³/rot), din raportul D/d se deduce numărul de rotații al pompetei pe minut, care se stabilește după caz.

Debitul calculat, la care se ține seama de corecția de umiditate și contracția firului, este verificat la fiecare loc de filare, la

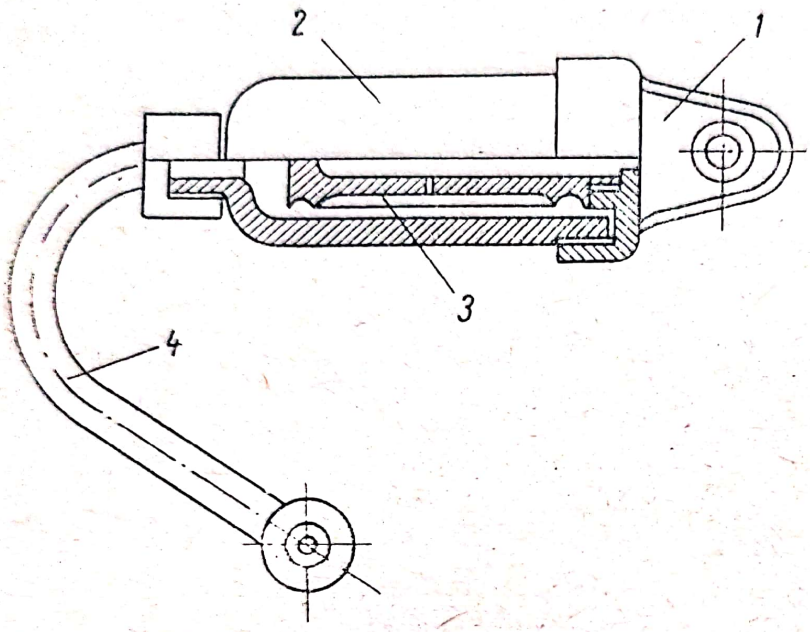


Fig. 4. Filtrul-lumînare : *1* — capul flitrului ; *2* — clopot ; *3* — lumînare ; *4* — melc.

anumite intervale, prin cîntărirea cantității de topitură sau soluție rezultată în unitatea de timp.

Filtrul-lumînare. Filtrul-lumînare servește pentru filtrarea suplimentară a soluției de filare înainte de a intra în filieră.

Filtrul lumînare este format din două piese : clopotul în partea exterioară și bujia (lumînarea) în interior, pe care se așază stratul de material filtrant. În fig. 4 este prezentată o secțiune prin filtrul-lumînare.

3. DEBITUL DE FILARE

Se înțelege prin *debit de filare* cantitatea de topitură sau de soluție de filare pe care trebuie să o alimenteze pompeta la filieră în unitatea de timp, pentru o anumită dimensiune de fir. Debitul este proporțional cu turația pompetei de filat.

La stabilirea debitului de filare se ia în considerare ca bază de calcul debitul constructiv al pompetei, în cm³/rotație.

Scanned with OKEN Scanner

Cantitatea de topitură sau de soluție de filare necesară pe minut, raportată la debitul constructiv al pompetei, dă turația pompetei. În general, debitul este proporțional cu viteza de filare și titlul filamentului sau al firului (v. Cap. IV) întrucît cantitatea de polimer crește în raport cu dimensiunea firului filat și cu cantitatea filată, pe unitatea de timp.

Pentru cazul filării din topitură, calculul este mai simplu, întrucît cantitatea de topitură debitată se transformă total în produs filat ; concentrația de polimer fiind 100%, se corectează numai cu mici coeficienți de contracție și umiditate, pentru a ajunge la dimensiunea firului calculat.

La filarea din soluție, unde datorită faptului că polimerul care va forma fibra se află într-un procent mic (5—24%), concentrația soluției intră în calcul, iar volumul de soluție în unitatea de timp va fi în acest caz mare, în funcție de concentrație. Deci, turația pompetei trebuie să fie mărită proporțional.

4. VITEZA DE FILARE

Viteza de filare se exprimă în metri pe minut (m/min) și reprezintă lungimea de cablu sau de fir rezultată la mașina de filat în unitate de timp.

Filarea din topitură permite viteze mari de filare (500—1 200 m/min). Filarea din soluție, datorită proceselor mai complicate la formarea fibrelor, nu permite viteze de filare mai mari de 60—80 m/min, în multe cazuri folosindu-se chiar viteze mai mici, între 12 și 30 m/min, în funcție de finețea firului și de procesul de coagulare.

5. BAIA DE COAGULARE

Baia de coagulare (baia de filare) este mediul în care are loc formarea firelor și fibrelor în cazul filării din soluție a polimerului. Fibrele sînt imersate în această baie, în momentul cînd soluția trece prin filieră. Baia de coagulare are diferite compoziții chimice, după caz.

Prin modificarea solubililtății polimerului se formează firul în urma unui proces de difuziune. Baia de coagulare se mai numește și *baia de filare*.

În unele cazuri, cum este filarea celulozei regenerate, procesul de formare a fibrei este inițial o coagulare (precipitarea polimeru-

Scanned with OKEN Scanner

lui) însoţit de descompunere chimică. În alte cazuri, în baia de filare are loc numai un proces de coagulare.

Soluţia băii de filare circulă cu viteză mare pentru asigurarea unei concentraţii constante a băii.

6. ÎNTINDEREA LA FILIERĂ

Întinderea la filieră este o caracteristică care influenţează mult calitatea produsului proaspăt filat. *Întinderea la filieră A* se exprimă prin diferenţa dintre viteza de filare a firului format v şi viteza de curgere a soluţiei din filieră v_1, raportată la viteza de curgere din filieră v_1, şi este dată în procente :

$$A = \frac{v - v_1}{v_1} \cdot 100$$

Formarea fibrei este dependentă de întinderea la filieră. Practic, ea exprimă dacă viteza de tragere a firului este mai mare sau mai mică decît viteza de ieşire din filieră (viteza de extrudere). La fibrele filate din topitură (poliamide, poliesteri şi polipropilenă) întinderea la filieră este de ordinul 300—400%. Fibrele filate din soluţie, în funcţie de procedeul umed sau uscat au o întindere la filieră de circa 200—300% în procedeul uscat şi de 30% şi pînă la —40% în procedeul umed (în baie de filare).

Pentru a calcula întinderea la filieră se ţine seama de suprafaţa orificiilor filierei.

7. LUNGIMEA DE IMERSIE

Lungimea de imersie (cufundare) este distanţa pe care o parcurge cablul sau firul prin baia de coagulare şi este măsurată prin timpul de staţionare al produsului proaspăt filat. Lungimea de imersie este, de obicei, dependentă de dimensiunile firului sau ale filamentului de bază.

Pentru modificarea imersiei, întrucît în general distanţa de parcurgere a băii este constantă, se obişnuieşte modificarea vitezei de filare, respectiv a timpului de imersie în baie.

8. SOLUŢIA DE FILARE

Se întîlneşte numai în cazul filării polimerilor din soluţie. Se înţelege prin *soluţie de filare* soluţia în care se găseşte dizolvat polimerul care urmează să fie transformat în fire şi fibre. În mod

Scanned with OKEN Scanner

obișnuit se cunosc soluții de filare pentru cazul polimerilor naturali (celofibra), denumite frecvent *soluții de viscoză* și în cazul polimerilor acrilici. Pentru celelalte tipuri de fibre se filează din soluție numai polimerii cu proprietăți speciale, care nu se mai pot fila din topitură.

O soluție de filare se caracterizează prin viscozitate, concentrația în polimer, concentrația în dizolvant etc.

În general, soluțiile de polimer sînt vîscoase, în unele cazuri sînt instabile din punct de vedere chimic în timp (cum este cazul viscozei), alte ori soluțiile pot fi stabile chimic și instabile termic etc.

Pentru asigurarea condițiilor corespunzătoare de formare a fibrelor, în toate cazurile parametrii stabiliți pentru soluția de filare se respectă cu strictețe, în corelare cu parametrii de filare și baia de coagulare.

9. PREPARAȚIA DE FILARE

Firele filate din topitură, datorită faptului că sînt complet lipsite de apă, sînt foarte rigide și trebuie împregnate corespunzător pe mașina de filat, pentru a putea fi depuse pe bobine și pentru a fi în continuare etirate. În acest scop se folosesc emulsii apoase de uleiuri speciale, care se alimentează la mașina de înfășurat și impregnează firele proaspete prin intermediu unei role. Firul, în drumul său, are tangență cu rola de uleiere, cantitatea de umiditate și de ulei preluată de fir fiind proporțională cu viteza rolei, care se reglează după caz.

Această tratare a firelor pe mașina de filat, prealabilă operației de depunere pe bobine, se numește *preparație de filare* și este foarte importantă pentru operațiile următoare.

10. ETIRAREA

Firele proaspăt filate sînt elastice și prezintă caracteristici improprii pentru prelucrare, în special din cauza alungirii foarte mari.

Pentru perfectarea structurii firului, pentru stabilizarea și crearea caracteristicilor corespunzătoare, firele sînt supuse în toate cazurile unei operații de întindere numită *etirare*.

Procesul de etirare este un fenomen legat de structura polimerului și de starea lui de cristalinitate. Operația de etirare se realizează prin mai multe sisteme, uneori în mai multe trepte, pe mașini speciale sau cu dispozitive atașate la mașina de filat.

Scanned with OKEN Scanner

Lungimea obținută prin etirare raportată la lungimea de fir inițială se numește *raport de etirare*. Valorile rapoartelor de etirare în cazul firelor sintetice variază de la 1 : 3 pînă la 1 : 10, ceea ce înseamnă că dintr-un metru de fir filat, se pot obține pînă la 10 m de fir etirat.

11. AVIVAREA

Avivarea este operația de finisare în fabricarea fibrelor chimice, prin care se conferă un tușeu, o moliciune plăcută și care pregătește fibra pentru operațiile de prelucrare textilă.

Această operație are loc, în general, prin impregnarea produselor sub diferite forme în procesul tehnologic, cu o soluție conținînd substanțe speciale care imprimă proprietățile necesare. Soluția în care are loc impregnarea în acest scop se numește *soluție sau baie de avivare*.

Substanțele folosite pentru prepararea băii de avivare se numesc *avivaje* sau *agenți de avivare*. Se cunosc numeroase categorii de substanțe chimice care pot fi folosite pentru acest scop.

12. ANTISTATIZAREA

Fibrele sintetice, în general, datorită structurii lor și higroscopicității (capacitatea de a absorbi apa) foarte redusă, au proprietatea de a se încărca puternic cu electricitate statică, care prezintă inconveniente atît în fazele de prelucrare, producînd greutăți mari, cît și la purtare.

Pentru a elimina acest inconvenient este absolut necesar ca firele și fibrele chimice să fie tratate pentru reducerea încărcării cu electricitate statică, operație care se numește *antistatizare*. În mod curent, antistatizarea se face în același timp cu avivarea, substanțele care au proprietăți antistatice fiind în general și medii corespunzătoare pentru avivare.

13. MATISAREA

Polimerii sintetici transformați în fire și fibre, în special cei rezultați din topitură ca și cei din celuloză regenerată, au un aspect puternic lucios și transparent. Din această cauză se folosesc diferite procedee în scopul amelionării luciului sticlos al produselor. Operația prin care se reduce luciul fibrelor chimice se numește

Scanned with OKEN Scanner

matisare. Ea se realizează prin introducerea în polimer a unui pigment opac, numit *pigment de matisare* (de obicei bioxid de titan) în anumite procente, care modifică fenomenele de reflexie ale polimerului filat.

Matisarea se poate aplica prin mai multe procedee care, în principiu, pot fi de două categorii :

— matisarea prin introducerea pigmentului în masa polimerului și a fibrei, după cum s-a explicat mai înainte, aplicat în diferite variante ;

— matisarea prin tratare chimică ulterioară.

Cea mai răspîndită este matisarea prin primul procedeu.

Capitolul IV

CARACTERISTICILE FIBRELOR CHIMICE, STRUCTURĂ ȘI METODE DE IDENTIFICARE

În etapa actuală de dezvoltare a industriei, calitatea produselor este obiectivul principal, tinzîndu-se să se realizeze produse la nivelul mondial cel mai ridicat, atît pentru consumul intern cît și pentru export.

Noțiunea de calitate include totalitatea proprietăților pe care le prezintă firele și fibrele, pentru a determina valoarea optimă de utilizare. Aceasta presupune o cunoaștere temeinică a tuturor aspectelor legate de caracteristicile și proprietățile fibrelor în prelucrare și purtare.

A. CARACTERISTICILE FIBRELOR CHIMICE

1. PROPRIETĂȚI DIMENSIONALE

Finețea (titlul). Această caracteristică exprimă grosimea firelor sau a filamentelor și este cea mai importantă valoare pentru verificarea calității. Finețea se exprimă în mai multe moduri :

— în funcție de lungime (în care aceasta constituie mărimea variabilă), unitatea de măsură a finețiii se numește *număr metric ;*

numărul metric, N_m, reprezintă raportul dintre lungimea L, în metri, și greutatea G, în grame, a unui fir, după formula generală :

$$N_m = \frac{L}{G};$$

— în funcție de greutate, în care greutatea constituie mărimea variabilă.

Această exprimare a fineței cuprinde următoarele unități de măsură :

— *denierul*, care reprezintă numărul de grame corespunzător la o lungime de 9 000 m din firul respectiv și se exprimă cu relația :

$$T_{den} = \frac{G}{L} \cdot 9\,000;$$

— *texul*, care reprezintă greutatea în grame a 1 000 m fir și se exprimă cu relația :

$$T_{tex} = \frac{G}{L} \cdot 1\,000.$$

Transformarea unităților de măsură a finețiii fibrelor dintr-o unitate în alta se face cu relațiile :

$$T_{den} \cdot N_m = 9\,000;\ T_{den} = \frac{9\,000}{N_m};\quad N_m = \frac{9\,000}{T_{den}};$$

$$T_{tex} \cdot N_m = 1\,000;\ T_{tex} = \frac{1\,000}{N_m};\ T_{tex} = 0{,}1111\ T_{den}.$$

Aceste sisteme de măsurare a finețiii firelor și fibrelor sînt internaționale și servesc pentru lucrările curente a celor care se ocupă cu producerea și prelucrarea lor (tabelul 3).

Cea mai nouă definire a fineței (titlului) unui fir, utilizînd pentru determinarea valorică oricare din formulele prezentate, este *„densitatea de lungime"* care figurează în toate actele de caracterizare actuale.

Metodele de determinare a titlului în controlul calității fibrelor chimice se bazează pe principiul determinării greutății unei lungimi convenabile de fir sau de filament și transformarea prin calcul în denier sau tex.

Pentru firele continue stabilirea lungimii de probă se face cu ajutorul unui aparat numit *vîrtelniță de titlu* (fig. 5). Vîrtelnița, avînd un diametru cunoscut, execută un număr de rotații stabilit,

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 3

Echivalența între unități uzuale de măsurare a finețiii firelor și fibrelor pentru sortimente uzuale

Tipul fibrei	Titlu den	Titlu Nm (9000/den)	Titlu tex den×0,111)	Titlu mtex (tez×1000)	Titlu dtex (tex×10)
Bumbac	1,20	7 500	0,13	130	1,3
	1,50	6 000	0,17	170	1,7
	1,80	5 000	0,20	200	2,0
	2,00	4 500	0,22	220	2,2
Lînă	2,50	3 600	0,28	280	2,8
	3,00	3 000	0,33	330	3,3
	3,75	2 400	0,42		4,2
	4,00	2 250	0,44	440	4,4
	5,00	1 800	0,55	550	5,5
	6,00	1 500	0,66	660	6,6
Tip cover	8,00	1 125	0,90	900	9,0
	10,00	900	1,10	1 100	11,0
	12,00	750	1,30	1 300	13,0
	15,00	600	1,70	1 700	17,0
Fire textile continue	15	600	1,70	1 700	17,0
	20	450	2,2	2 200	22,0
	30	300	3,3	3 300	33,0
	40	225	4,4	4 400	44,0
	60	150	6,7	6 700	67,0
	70	128	7,8	7 800	78,0
	100	90	11,1	11 100	111,0
	120	75	13,3	13 300	133,0
	150	60	16,6	16 600	166,0
	200	45	22,2	22 200	222,0
	250	36	27,7	27 700	277,0
	300	30	33,3	33 300	333,0
Fire tehnice	600	15,0	66,6	66 600	666,0
	840	12,0	93,2	93 200	932,0
	1 000	9,0	111,0	111 000	1110,0
	1 260	7,0	139,9	139 900	1399,0
	1 680	5,3	186,5	186 500	1865,0
	2 000	4,5	222,0	222 000	2220,0
	3 000	3,0	333,0	333 000	3330,0
	4 000	2,5	444,0	444 000	4440,0

Notă. Se utilizează : den = denir ; Nm = număr metric : mtex = militex ; dtex = decitex.

Scanned with OKEN Scanner

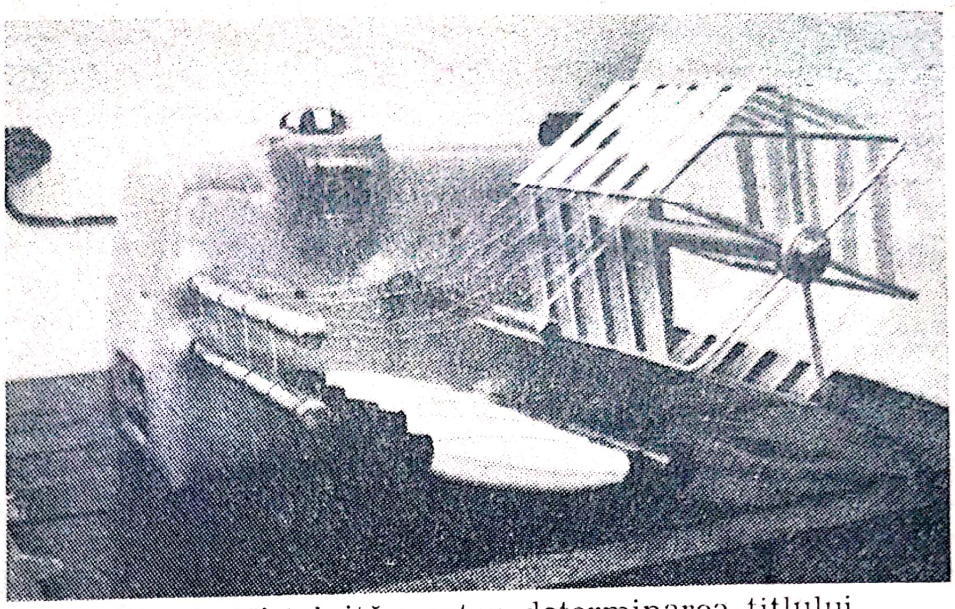


Fig. 5. Vîrtelniță pentru determinarea titlului.

care corespunde unui număr de metri de probă (număr care se alege, de obicei, divizibil cu 9 sau cu 3, pentru a ușura calculul : 45, 90, 450 m etc.), care se înfășoară sub forma unei jurubițe. Vîrtelnițele automate au un contor care se fixează în prealabil la numărul de metri necesari și se oprește odată cu înfășurarea simultană a 4—5 probe distincte. Aparatele automate sînt, în general, electrice ; există însă și aparate pe care se înfășoară manual, dar care au o sonerie de semnalizare al un anumit număr de înfășurări. Jurubițele cu probe se detașează de pe vîrtelniță și se cîntăresc pe balanțe speciale, gradate în N_{tex}, T_m sau T_{den}. citindu-se exact valoarea titlului pe scara corespunzătoare lungimii înfășurate.

Cîntărirea se mai poate face la orice balanță analitică, transformîndu-se prin calcul după relația $\frac{G}{L} \cdot 9\,000$.

În cazul fibrelor scurte se taie cu un aparat special numit *„ghilotină“* proba de o anumită lungime (50 mm), se numără în continuare grupe de 60 filamente, care se cîntăresc la o microbalanță.

În practica zilnică se folosesc mai multe noțiuni pentru titlu și anume :

— *titlul nominal* care reprezintă finețea firului calculată teoretic ;

— *titlul uscat* care reprezintă finețea determinată după îndepărtarea completă a apei ;

— *titlul condiționat* este titlul firului determinat după păstrare timp de 24 h în climat standard ;

— *titlul comercial* este titlul firului uscat, mărit cu procentul de umiditate admis.

Scanned with OKEN Scanner

Acestea se folosesc în calculul analizelor și la livrarea produselor, cînd se ia în considerare titlul comercial. Pentru a avea o calitate cît mai bună în prelucrare și pentru obținerea de țesături, tricotaje sau alte produse fără defecțiuni, o condiție esențială este ca firele să aibă cît mai mică variație la titlu față de valoarea nominală, ceea ce se numește obișnuit *toleranță admisibilă*. În funcție de tipul de fir, variațiile de titlu admisibile sînt de 3—6% față de valoarea nominală.

O valoare foarte importantă, în special pentru fabricarea ciorapilor, este uniformitatea finețiii pe porțiuni scurte, care, peste anumite limite, produce în tricotul simplu dungi numite „zebrări". Această caracteristică se poate verifica în două feluri :

— prin determinarea uniformității la aparate electronice numite „Eltigraf" sau „Uster" ;

— prin tricotare și studierea organoleptică a aspectului pe un fond negru, în cazul tricotului alb și pe un fond alb în cazul tricotului vopsit.

În fig. 6 este reprezentată diagrama de uniformitate a titlului obținut pe eltigraf la firele relon.

Un alt aspect al uniformității dimensionale pentru un fir continuu este omogenitatea în alcătuirea sa, adică repartizarea dimensională uniformă pentru filamentele care alcătuiesc acest fir.

Secțiunea și diametrul firelor. Un aspect calitativ important este faptul că secțiunea filamentelor componente ale unui fir trebuie să fie cît mai uniformă. Aceasta se observă la microscop prin secțiuni executate pe fire.

Variațiile mari ale secțiunilor între filamente constituie o defecțiune de bază, întrucît comportarea filamentelor mai mari sau mai mici decît cele normale este diferită în faza de etirare și poate produce defecte prin plesnirea filamentelor și bucle.

Variațiile de diametru dintre filamente pot proveni din mai multe cauze ca : filiere cu orificii defecte sau cu asperități, pre-

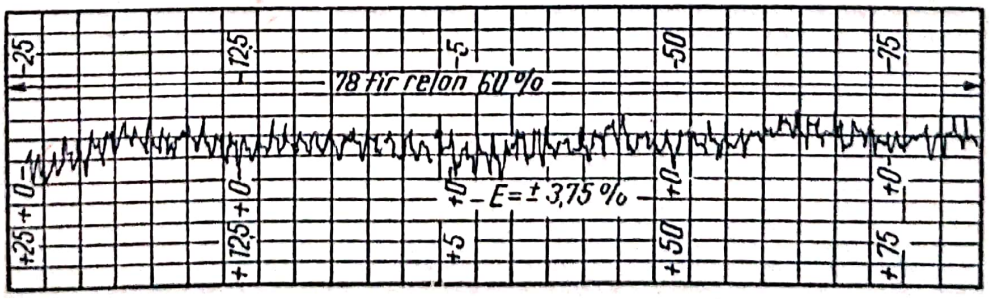


Fig. 6. Diagrama de uniformitate a titlului

siune variabilă a polimerului la extrudere, o distribuire neuniformă a topiturii, condiţii necontrolate la solidificarea firului.

Defecţiuni de această natură sînt specifice filării din topitură.

În lungimea firului, din cauza diferiţilor factori care acţionează în procesul tehnologic, se pot semnala defecte cu aspecte variate, care modifică în anumite puncte diametrul firului. Aceste defecte se numesc, în general, *noduri* sau *îngroşări*. Ele sînt de fapt deformări ale secţiunii transversale a firului pe o porţiune mică şi apar în special la firele monofilamentare, iar la firele polifilamentare pe filamente izolate.

Lungimea îngroşărilor variază de la 0,2 la 10 mm ; în cazul lungimilor mai mari se numesc *neetirări*. Pentru depistarea acestor defecte se foloseşte un aparat numit „Seriplan“ care desfăşoară în plan, pe un fond negru, 100 m de fir la 10 probe paralele, observîndu-se aspectul firului pe toată lungimea înfăşurată. Cu ochiul liber sau cu lupa se poate vedea existenţa acestor defecte. Pe Seriplan se poate determina frecvenţa defectelor, raportîndu-se la o anumită lungime de fir (1 km, 10 km etc.).

Deoarece îngroşările nu apar distribuite uniform în lungimea firului şi totdeauna neregulat, este foarte greu de stabilit exact valoarea la control.

După observaţiile microscopice se poate studia natura îngroşărilor şi pe baza experienţei de pînă acum se pot preciza următoarele cauze principale care generează astfel de defecte :

— aglomerări de bioxid de titan ;

— variaţii de viscozitate, datorită neomogenităţii structurale a polimerului ;

— produse de oxidare ;

— calitatea necorespunzătoare a azotului din punctul de vedere al conţinutului în oxigen şi al umidităţii ;

— spaţii goale sau bule ;

— substanţe străine şi incluziuni ;

— neetirări din cauze mecanice sau din cauza structurii firului.

În fig. 7 este reprezentată imaginea microscopică a îngroşărilor pentru fiecare caz.

Contracţia. Este una dintre cele mai importante proprietăţi şi în acelaşi timp specifică pentru fibrele sintetice. Fibrele artificiale, în general, prezintă o valoare mai redusă de contracţie.

Se înţelege prin contracţie, scurtarea lungimii fibrei, sub acţiune termică sau chimică. Fenomenul de contracţie este însoţit de modificarea titlului, alungirii şi a altor caracteristici.

Scanned with OKEN Scanner

Practic, contracția este modificarea lungimii fibrei sub acțiunea termică care poate ajunge la valori foarte mari, pînă la 35% pentru cazul fibrelor poliacrilonitrilice.

Proprietatea de contracție se utilizează cu succes la realizarea diferitelor efecte în țesături și tricotaje. Contracția reprezintă deci capacitatea unui fir de a se scurta sub acțiunea căldurii.

Metoda de determinare a contracției constă în măsurarea lungimii, în mm, a unei jurubițe de 10 m sub o tensiune controlată în funcție de denier, după care se fierbe 30 min cu verificarea exactă a temperaturii. După aceea se măsoară din nou în aceleași condiții.

Contracția C se calculează cu relația :

$$C = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \cdot 100$$

în care : l_1 este lungimea inițială, în mm ;
l_2 — lungimea finală, în mm.

În general, se fac mai multe determinări și se ia media.

Contracția reziduală este valoarea contracției rămasă în fir în urma unui tratament termic de anumită intensitate. Această valoare, în unele cazuri, este de dorit să fie adusă la zero, pentru a avea un maximum de efect în prelucrare prin amestecare cu fire netratate termic.

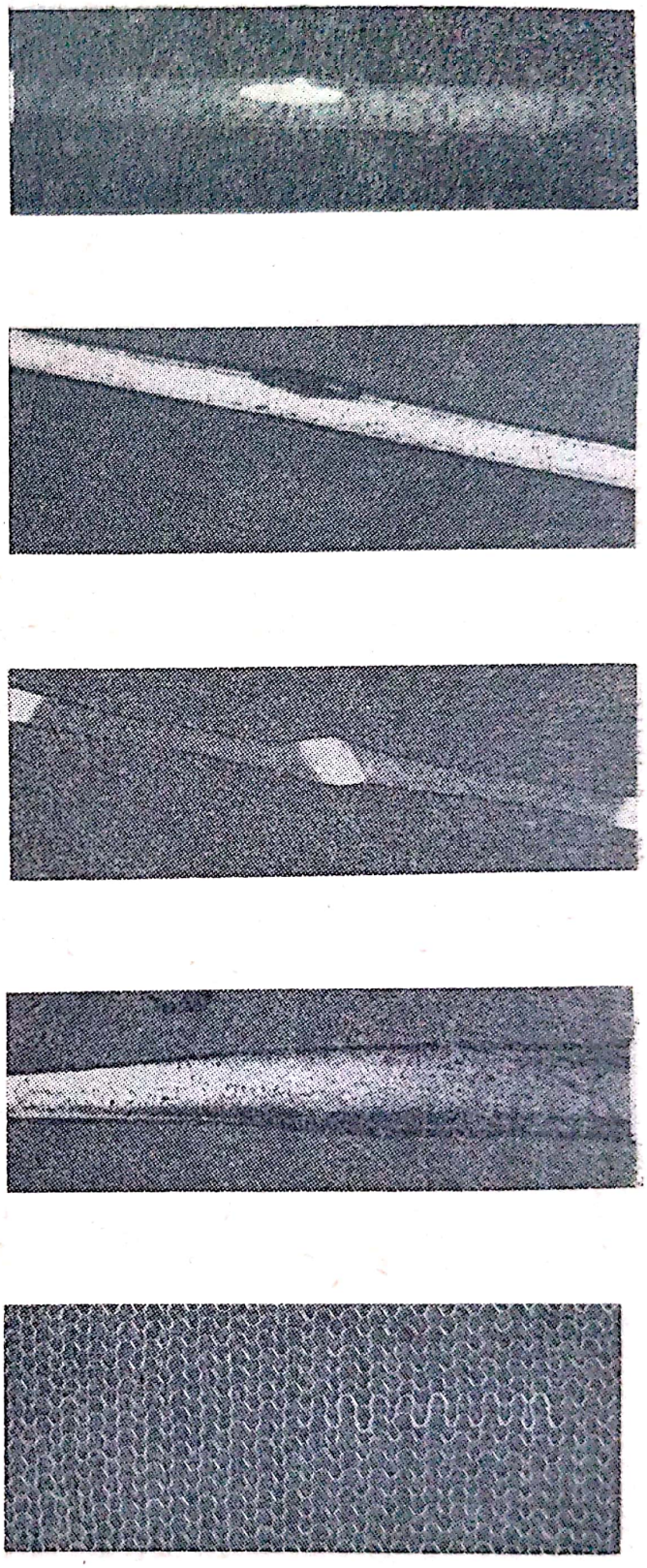


Fig. 7. Imaginea microscopică a îngroșărilor pentru diferite cazuri :
a, *b* — aglomerări de bioxid de titan ; *c* — variații de viscozitate ; *d* — oxidări ; *e* — neetirări.

Scanned with OKEN Scanner

2. PROPRIETĂȚI MECANICE

Rezistența la întindere. Rezistența la întindere este caracteristica de bază pentru firele și fibrele chimice, care determină utilizarea lor și este specifică unui anumit tip de polimer.

Rezistența la întindere, în general, crește cu masa moleculară a polimerului, fiind proporțională cu viscozitatea pînă la o anumită limită ; crește, de asemenea, cu gradul de cristalinitate a polimerului și cu gradul de orientare.

Rezistența la întindere se poate exprima în mai multe feluri :

Tenacitatea, T_r, este sarcina de rupere, G_r, a firului sau a fibrei raportată la finețea sa, T_{den}, în gf/den, și se exprimă prin relația :

$$T_r = \frac{G_r}{T_{den}}$$

Tenacitatea este unitatea cea mai frecvent utilizată pentru exprimarea rezistenței la întindere a fibrelor.

Lungimea de rupere, L_r, este un alt mod de a exprima rezistența unui fir reprezentînd lungimea, în km, din firul respectiv sub a cărui sarcină se poate produce ruperea și se calculează cu formula :

$$L_r = G_r N_m ,$$

în care : G_r este sarcina de rugere, în gf ;
N_m — titlul firului, în număr metric.

Relația între tenacitate, în gf/den, și lungimea de rupere, în km, se exprimă cu relația :

$$L_r = 9\, T_r$$

Rezistența specifică reprezintă forța de întindere pînă la rupere, aplicată la 1 mm^2 din suprafața secțiunii firului, în kgf/mm^2. Acest mod de exprimare, în special la firele monofilamentare pentru scopuri tehnice, permite compararea cu rezistența oțelurilor.

Aparatele pentru determinarea rezistenței se numesc *dinamometre* și pot fi de diferite construcții.

Pentru determinarea rezistenței firelor continue, firul de probă desfășurat de pe format sau din jurubiță, tăiat, se prinde între clemele dinamometrului, sub o tensiune controlată, distanța dintre cleme fiind de 500 mm.

După fixarea firului se pornește aparatul, firul fiind supus la întindere cu o forță care se măsoară pe cadranul respectiv pînă în

Scanned with OKEN Scanner

momentul ruperii. Simultan se citește alungirea firului pe scara de alungire, care este paralelă cu firul, în procente sau în milimetri, față de lungimea inițială.

În fig. 8 este reprezentat dinamometrul pentru determinarea rezistenței firelor continue.

Dinamometrul pentru fibre este acționat cu presiune de apă, întinderea executîndu-se asupra unei fibrile elementare, la o distanță între cleme de 10 mm. Fiind mai dificil de executat și pentru a avea o valoare medie mai reprezentativă, se fac 25—50 determinări, se calculează media aritmetică, și se raportează la titlul condiționat al filamentului.

În fig. 9 este reprezentat dinamometrul pentru determinarea rezistenței fibrelor scurte.

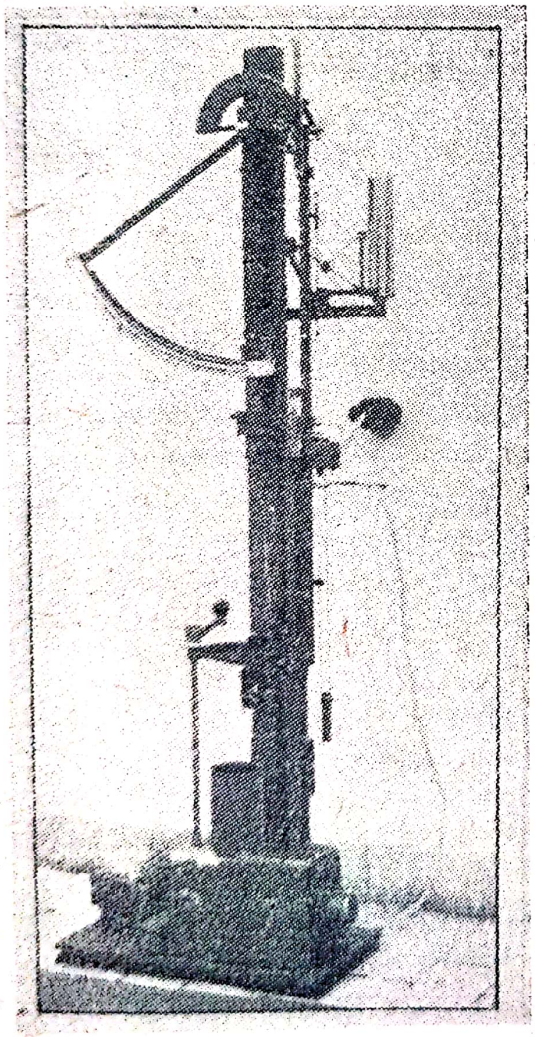


Fig. 8. Dinamometru pentru determinarea rezistenței firelor continue.

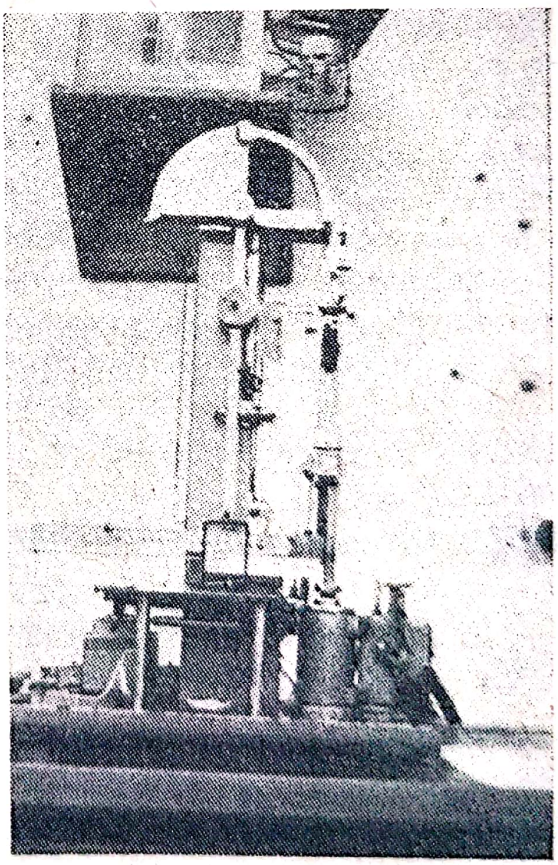


Fig. 9. Dinamometru pentru determinarea rezistenței fibrelor scurte.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru a se verifica rezistența firelor la diferite solicitări similare cu poziția firului în țesături și tricoturi se mai studiază și alte sisteme de determinare a rezistenței și anume :

— rezistența firului sau a fibrei la buclă, R_b;
— rezistența la nod, R_n;
— rezistența în stare umedă, R_u;
— rezistența la îndoiri repetate, $R_ș$;
— rezistența la obosire, R_o;
— rezistența la torsionare, R_t;
— rezistența la frecare, R_f;

Rezistența la buclă permite determinarea rezistenței unui fir în condițiile în care el se găsește în tricoturi sub formă de lanțuri numite *bucle*.

Rezistența la buclă R_b, în %, se execută pe două fire încrucișate, iar rezultatul se raportează la rezistența de întindere normală ;

$$R_b = \frac{\frac{G_b}{2}}{G_r} \cdot 100$$

unde : G_b este sarcina de rupere la buclă, în gf ;
G_r — sarcina de rupere normală, în gf.

Rezistența la nod R , în %, se determină prin supunerea firului la întindere pe dinamometru, avînd două noduri simple suprapuse la mijlocul distanței de prindere la aparat :

$$R_n = \frac{G_n}{G_r} \cdot 100$$

unde : G_n este sarcina de rupere la nod, în gf ;
G_r — sarcina de rupere normală, în gf.

Rezistența în stare umedă, R_u, este o valoare care exprimă scăderea rezistenței normale datorită absorbției de apă.

Fibrele poliamidice și poliesterice prezintă o neînsemnată scădere a rezistenței în stare umedă față de cea normală.

Rezistența în stare umedă se poate exprima prin valoarea reală a tenacității sau în procente față de rezistența normală.

Rezistența la frecare, R_f, este o proprietate care la fibrele sintetice are valori mult mai mari decît la celelate fibre, îmbună-

Scanned with OKEN Scanner

tăţind esenţial calitatea produselor la purtare în amestec cu fibre naturale sau folosite ca atare.

Alungirea la rupere. Alungirea la rupere sau alungirea totală a firelor şi fibrelor reprezintă creşterea de lungime a firului pînă în momentul ruperii. Valoarea alungirii la rupere este importantă pentru prelucrare şi mai ales uniformitatea acestei valori. Alungirea se poate exprima în procente faţă de lungimea iniţială a firului supus la tracţiune sau în milimetri creştere efectivă de lungime. Ea se determină simultan cu rezistenţa, la dinamometru. Alungirea totală se compune din :

— alungirea elastică ;
— alungirea supraelastică ;
— alungirea plastică sau permanentă.

Dacă asupra unui fir s-a acţionat cu o forţă în apropierea punctului de rupere şi se încetează acţiunea acestei forţe, firul se relaxează o parte imediat, ceea ce corespunde cu alungirea elastică, o parte se relaxează în timp mai îndelungat, corespunzător alungirii supraelastice, iar o parte reprezintă deformaţia ireversibilă numită *alungire permanentă*.

Pentru a se urmări acest fenomen, dinamometrele sînt prevăzute cu sisteme de înregistrare a curbei de alungire. În practică se controlează alungirea totală în mod curent, iar pentru probleme speciale este importantă studierea repartiţiei celor trei tipuri de alungire (mai ales în cazul firelor cu destinaţii speciale, de exemplu firele cord la care deformaţia permanentă este o problemă importantă de calitate).

La firele celulozice este de remarcat că alungirea în stare umedă creşte foarte mult datorită capacităţii mari de absorbţie a apei, ceea ce influenţează deformările în timpul operaţiilor de spălare a produselor.

Fibrele sintetice nu-şi modifică alungirea sensibil, datorită slabei absorbţii de apă.

La firele poliamidice păstrarea constantă a valorilor de alungire este importantă pentru uniformitatea vopsirilor în finisarea ţesăturilor.

Valorile comparative pentru rezistenţa la rupere a fibrelor chimice sînt date în tabelul 4.

Pentru creşterea randamentului la executarea analizelor de rezistenţă-alungire şi cuprinderea unui număr mai mare de determinări, în ultimii ani au fost introduse în laboratoarele de control al calităţii *dinamometrele automate* (fig. 10).

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 4

Rezistența la rupere a fibrelor chimice

Denumirea fibrei	Tenacitatea, g/den	Lungimea de rupere, km	Rezistența relativă la buclă, %	Rezistența relativă la nod, %	Rezistența relativă în stare umedă, %
Viscoză normală	1,5—2,5	13,5—22,5	25—30	45—50	45—50
Viscoză polinozică	4,0—5,0	36—45	15—25	50—60	60—70
Cuproamoniacală	1,5—2,3	13,5—20,7	60—75	60—85	60—65
Proteice	1,1—1,2	10—11	30—40	30—50	45—60
Poliamidice normale	4—6	36—54	80—85	80—82	90—98
Poliamidice supraetirate	6—8	54—72	80—85	80—85	90—98
Poliesterice	4—6	36—54	70—90	80—85	100
Polietilenă de înaltă presiune	2,5—3	22,5—27	75—80	80—85	95—100
Polietilenă de presiune medie	4,0—4,4	36—39,6	75—80	80—85	95—100
Polipropilenă	5—8	45—72	85—90	85—90	100
Polivinil-alcool	4—6	36—54	70—75	70—75	75—85
Poliacrilonitrilice	2—3,5	18—31,5	50—60	50—60	70—80
Policlorvinilice	1—3	9—27	35—45	50—70	100

Aceste aparate execută automat preluarea firului de probă de pe bobină, montarea acestuia între clemele aparatului, ruperea, înregistrarea datelor de rezistență-alungire și prelurea în continuare a unei noi porțiuni de fir pentru determinarea următoare. Se tac atîtea probe cîte sînt prevăzute pentru o medie, după caz (10, 20, 25 sau 50).

Aparatul înregistrează toate valorile individuale obținute.

Aspectul curbei sarcină-alungire este de mare importanță pentru anumite domenii de utilizare, ceea ce este posibil de studiat în special cu ajutorul dinamometrelor moderne.

Firele cord și tehnice au, în general, dimensiuni cuprinse între 1 000 și 10 000 den, uneori obținute prin multiplicare și, în consecință, prezintă sarcini de rupere pe fir mari, care pot ajunge pînă la 80 kgf (daN).

Scanned with OKEN Scanner

Din aceste motive determinările de rezistență-alungire pentru aceste fire se execută pe dinamometre mai mari, care prezintă scara de greutăți în domeniul specific probei, avînd deci o construcție specială.

Dinamometrele pentru fire groase pot fi cu alimentare discontinuă a probei sau cu funcționare automată.

Relația între sarcina de rupere, respectiv forța aplicată firului și modificările prin alungire în diferitele stadii ale întinderii și pentru toate domeniile de alungire cunoscute pentru un fir se exprimă prin *diagrama sarcină — alungire* (fig. 11).

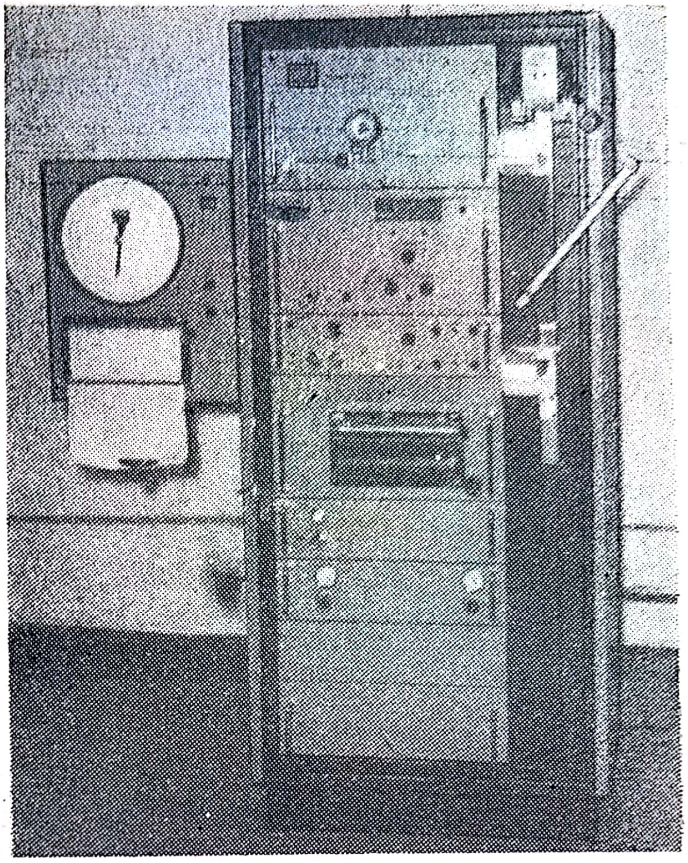


Fig. 10. Aspect exterior al dinamometrelor automate Zwick utilizate în laboratoarele de la Săvinești și Iași.

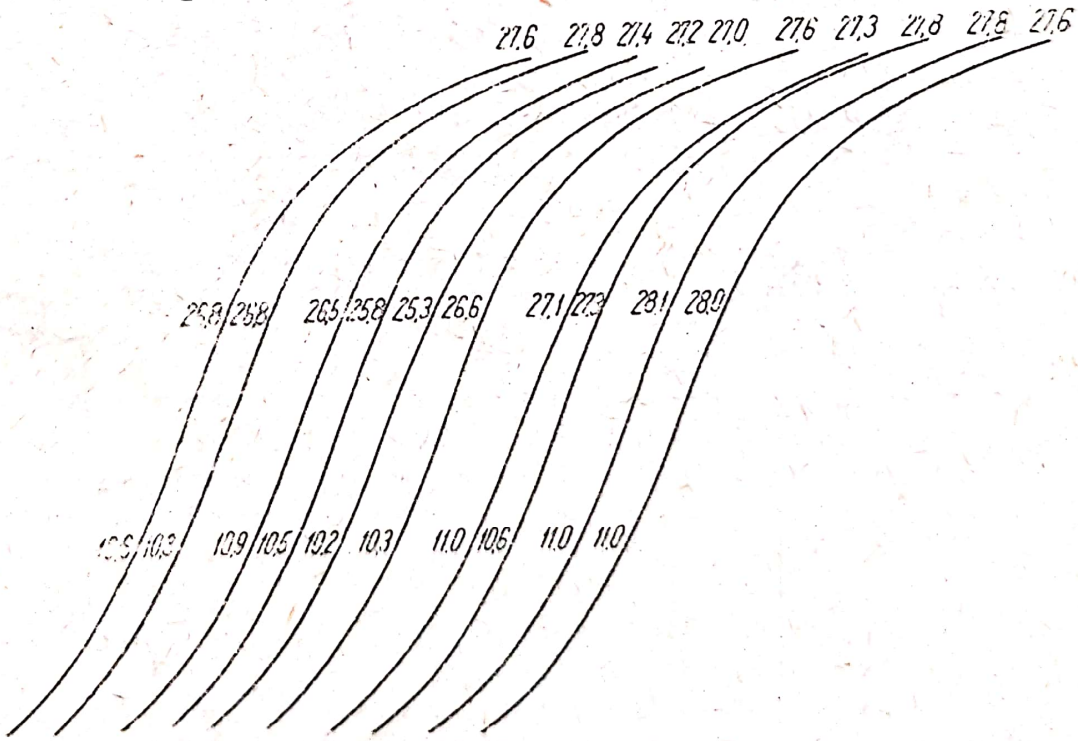


Fig. 11. Exemplu de diagramă sarcină-alungire pentru un fir poliamidic tip cord.

Scanned with OKEN Scanner

Aceasta se înregistrează la dinamometrul simultan cu executarea întinderii, pînă la rupere a firului de analizat.

Pentru firele tehnice, cord în special, valoarea alungirii sub anumite sarcini reprezintă un parametru important pentru caracterizarea fenomenelor de deformaţie care pot avea loc în timpul funcţionării materialului (ex. în anvelopă).

3. PROPRIETĂŢI TERMICE

Termostabilitatea. Comportarea fibrelor chimice la acţiunea temperaturii are deosebită importanţă pentru cunoaşterea tuturor proprietăţilor şi pentru stabilirea condiţiilor tehnologice de fabricare şi prelucrare, precum şi pentru aprecierea comportării la purtare.

În general, aproape toate firele textile pierd o parte din calităţile iniţiale odată cu ridicarea temperaturii peste o anumită limită, în funcţie de natura polimerului care alcătuieşte fibra. Astfel, se poate produce o scădere a proprietăţilor mecanice, o modificare chimică în urma unui proces de oxidare sau de descompunere şi chiar modificarea unor proprietăţi chimice de bază. În primul rînd trebuie luate în considerare valorile punctului de topire şi de înmuiere a polimerului de bază, care este un indicator pentru termostabilitatea produsului. Cu cît această valoare este mai ridicată, termostabilitatea este mai mare.

În tabelul 5 sînt date caracteristicile termice ale unor fibre sintetice.

Se înţelege prin *termostabilitatea* fibrei capacitatea specifică de a-şi păstra nemodificate proprietăţile sub acţiunea temperaturii ;

Tabelul 5

Caracteristicile termice ale unor fibre sintetice

Denumirea fibrei	Temperatura de înmuiere, C°	Temperatura de topire, °C	Temperatura admisă la călcat °C	Rezistenţa la temperaturi joase, °C
Poliamidă 6	170	215	150	pînă la—80
Poliamidă 66	235	245	205	pînă la—80
Poliacrilonitril	—	Nu se topeşte, se descompune la 300°C, arde	200	pînă la—57
Poliesteri	230	248—256	200	pînă la—70
Polivinilalcoolice	180	Carbonizează de la 200°C	150	—
Policlorvinilice	78—90	200	—	—
Polipropilenice	150	170—175	120	—

Scanned with OKEN Scanner

ea reprezintă o valoare importantă atît pentru diferite faze de fabricaţie, pentru utilizare, cît şi pentru scopuri tehnice la care materialul este solicitat la expuneri termice curente. Cele mai stabile la încălzire sînt firele care nu-şi modifică proprietăţile pînă la temperatura de 200°C.

În această categorie se includ fibrele poliesterice şi fibrele poliacrilonitrilice. Fibrele poliamidice, în general, sînt sensibile la acţiunea temperaturii şi a oxigenului, chiar dacă nu se poate observa o degradare esenţială. Se poate considera că poliamida 6 pierde din rezistenţă începînd de la 120°C ; valoarea de degradare este proporţională cu temperatura şi timpul de expunere.

Conductibilitatea termică este o caracteristică care măsoară valoarea de izolare a materialului textil pentru un anumit tip de fibră. Cu cît creşte conductibilitatea termică, cu atît scade capacitatea de a păstra căldura corpului la purtare.

Conductibilitatea termică a diferitelor tipuri de fibre în comparaţie cu conductibilitatea termică a aerului, considerată egală cu unitatea, este următoarea :

Polipropilenă	6,0
Policlorură de vinil	6,4
Lînă	7,3
Acetat	8,6
Celofibră	11,0
Bumbac	17,5

Fibrele celulozice sînt sensibile la ridicarea temperaturii. Pînă la temperatura de 100°C, acţiunea de degradare este mai accentuată pe fibrele celulozice naturale, spre deosebire de fibrele din celuloză regenerată. La temperaturi de peste 120°C se produce o modificare chimică ireversibilă a celulozei, din cauza deshidratării şi degradării oxidative, care are ca efect scăderea importantă a rezistenţei şi alungirii.

În tabelul 6 este dată degradarea fibrelor celulozice cu ridicarea temperaturii.

Tabelul 6

Degradarea fibrelor celulozice la temperaturi medii

Fibra	Rezistenţa, gf/den, la temperatura, °C					Alungirea, %, la temperatura, °C			
	20	50	75	100	120	20	75	100	120
Viscoză	220	250	235	237	210	19,3	14,4	14,8	—
Cuproamoniacală	340	325	264	255	270	11,8	4,4	4,4	3,4
Bumbac	372	328	299	277	258	6,9	5,7	5,3	4,6

Scanned with OKEN Scanner

Fibrele celulozice se degradează mai puternic în prezența umidității, la aceeași temperatură de expunere, însă sînt rezistente la călcat.

Fibrele chimice, în general, sînt inflamabile, de aceea păstrarea și depozitarea lor se face cu multă grijă, conform instrucțiunilor de protecție contra incendiilor.

Proprietățile termice sînt, în general, specifice polimerului de construcție a fibrei sau firului, așa cum am prezentat mai înainte.

Pentru anumite domenii de utilizare se cer valori speciale din punct de vedere al termostabilității.

Pentru aceste cazuri procesul tehnologic prevede adăugarea unor substanțe numite *stabilizatori termici,* iar valoarea necesară se măsoară prin teste speciale cerute de consumatori.

Măsurarea termostabilității se face în mod curent pentru fire cord (cap. XI) și se exprimă în procente de rezistență păstrată după expunere 16 h la 177°C, în aer cald. Probele se execută la dinamometru înainte și după expunere și trebuie să aibă valori medii de minimum 80%, pentru a se încadra în calitatea cerută.

Comportarea termică a polimerilor și fibrelor mai poate fi studiată prin metode moderne sensibile, cunoscute, în general, ca analiză termică diferențială (DTA, DTG), utilizată mai mult în cercetare.

În ultimii ani, din necesitatea extinderii fibrelor sintetice în scopuri tehnice în condiții de temperatură mai ridicate de funcționare, pe plan mondial se lucrează pentru realizarea fibrelor termorezistente pe bază de polimeri aromatici. În momentul de față se cunosc fibre industrializate de acest tip.

De asemenea, capacitatea mare de ardere a fibrelor sintetice și a fibrelor naturale chiar a impus găsirea unor soluții care să reducă inflamabilitatea acestora pentru evitarea accidentelor. Metodele moderne de reducere a inflamabilității fibrelor chimice se bazează pe *obținerea unor fibre modificate* de la formarea lor și nu pe tratamente ulterioare. Aceste fibre se numesc *„antiflamă“*, *„greu inflamabile“* sau *„neinflamabile“*.

Capacitatea antiflamă și de autostingere a fibrelor chimice se măsoară prin teste speciale internaționale :

— arderea pe verticală ;
— arderea în arc ;
— indicele de oxigen ;
— arderea pe suport.

La stabilirea tehnologiilor de obținere a proprietăților îmbunătățite din punct de vedere al capacității de ardere se utilizează metodele de mai sus.

Scanned with OKEN Scanner

4. PROPRIETĂȚI ELECTRICE

În utilizarea fibrelor sintetice este bine cunoscut fenomenul de *încărcare electrostatică*, atît la fabricare și prelucrare cît și la purtare. Fenomenul de încărcare electrostatică nu este constant, fiind determinat de frecarea fibrelor între ele sau de diferite piese metalice cu care vin în contact, precum și de umiditatea mediului ambiant. Intensitatea încărcării electrostatice crește cu viteza de frecare a fibrelor pe diferite organe ale mașinilor și cu scăderea umidității mediului ambiant. Acest proces de acumulare electrostatică se datorește compoziției fibrelor sintetice cu caracter general de material dielectric.

Încărcarea electrostatică poate ajunge la diferite intensități care creează dificultăți de prelucrare, ajungînd pînă la imposibilitatea continuării unor operații tehnologice de bază ca : urzire, cardare, pieptănare etc.

Fenomenul este pus în evidență prin :

— atragerea sau respingerea firelor între ele sau de materialele cu care vin în contact, după cum sînt încărcate (pozitiv sau negativ) ;

— tendință mare de atragere a impurităților, ceea ce conferă o capacitate mare de murdărire.

Capacitatea de încărcare cu electricitate statică depinde de natura fibrei, în afară de condițiile explicate mai înainte. Încărcarea se menține atît timp cît firele sînt în mișcare.

Firele celulozice se descarcă imediat datorită umidității, prezentînd absorbție mare de apă. Încărcarea electrostatică este invers proporțională cu higroscopicitatea materialelor textile.

Se înțelege prin *higroscopicitate* proprietatea pe care o are polimerul de a absorbi apă ; ea depinde de compoziția sa chimică.

Fibrele sintetice care au, în general, o higroscopicitate mică vor avea în toate cazurile capacitate mare de încărcare cu electricitate statică. Pentru aceasta se iau măsuri deosebite care să amelioreze fenomenul, astfel încît prelucrarea să decurgă fără deranjamente.

Măsurile principale pentru o bună prelucrare sînt :

— umidificarea constantă a aerului din încăperile de lucru, prin menținerea controlată a climatului standard ;

— legarea la pămînt a utilajelor pe care se prelucrează fibre și fire sintetice ca : mașini de etirat, de tăiat, de bobinat, de răsucit, de urzit, războaie de țesut, mașini de tricotat etc. ;

— ionizarea aerului în timpul lucrului, în apropierea zonei unde se constată maximum de încărcare sau de frecare ; aceasta

Scanned with OKEN Scanner

se realizează practic cu ajutorul unor aparate numite *ionizatoare*, care se montează după caz și a căror acțiune se bazează pe încărcarea electrică a aerului în zona respectivă, care neutralizează sarcina electrică a firelor în mers. Aceste ionizatoare funcționează pe bază de curenți de înaltă frecvență, de înaltă tensiune sau cu radiații radioactive care au proprietatea de a ioniza aerul.

Metodele menționate nu sînt suficiente pentru a asigura o prelucrare normală și sînt necesare măsuri speciale, care să aibă acțiune directă asupra firului. Prin adăugarea, la suprafața firului sau a fibrei, a unei pelicule de substanță protectoare cu proprietăți „antistatice" se mărește conductibilitatea electrică a firului și se reduc frecările în timpul prelucrărilor pe diferite mașini.

Operația se numește, în mod curent, *tratament antistatic*, iar substanțele respective se numesc *preparații antistatice* sau *avivaje antistatice*.

Se cunaște un număr mare de categorii de substanțe chimice protectoare pentru încărcarea electrostatică a firelor sintetice și numărul lor este în continuă dezvoltare, pentru obținerea de proprietăți superioare din acest punct de vedere.

Procedeul se numește *antistatizare de suprafață* și este cel mai larg folosit și ușor de aplicat. El conferă o eficacitate temporară produsului respectiv pentru asigurarea unei bune prelucrări.

O substanță, pentru a fi corespunzătoare acestui scop, trebuie să îndeplinească următoarele condiții :

— să confere fibrei un tușeu corespunzător ;

— să nu afecteze gradul de alb ;

— să fie termostabilă în cazul în care procesul tehnologic prevede trecerea la temperaturi mai înalte a fibrelor (cazul fibrei melana) ;

— să fie ușor solubilă la spălare în apă în procesul de finisare ;

— să nu facă legături chimice cu fibra, blocînd grupele reactive la coloranți ;

— să nu se modifice chimic în operațiile obișnuite ;

— să aibă capacitate cît mai mare de ameliorare a încărcăturii electrostatice (condiție obligatorie).

Valoarea de încărcare electrostatică a unui polimer pentru o anumită valoare a umidității este caracteristică.

În fig. 12 este prezentată variația încărcării electrostatice a fibrelor poliacrilonitrilice în funcție de umiditatea mediului.

Capacitatea de încărcare electrostatică se poate măsura prin mai multe metode, care se bazează pe următoarele principii :

— măsurarea cantității de electricitate care se naște în proces, în V/cm ;

Scanned with OKEN Scanner

— măsurarea timpului de înjumătățire ;
— măsurarea indicelui de frecare ;
— măsurarea constantei dielectrice ;
— măsurarea rezistenței electrice, în Ω/cm ;
— determinări practice în diferite operații ale procesului tehnologic.

Pentru executarea acestor măsurători, care se extind în ultimul timp foarte mult în studiul acestui fenomen, se construiesc diferite aparate moderne de tipuri variate, care sînt continuu îmbunătățite.

Păstrarea cît mai constantă a procentului de încărcare a fibrelor și firelor cu preparații antistatice asigură o prelucrare bună și constantă a acestora în industria textilă.

Este necesar să se facă controlul analitic la intervale scurte, atît pe soluția din faza respectivă cît și pe fire sau fibre.

Fazele de fabricație unde se utilizează substanțe de avivare antistatică sînt :

— la înfășurarea fibrelor în cazul filării din topitură ;

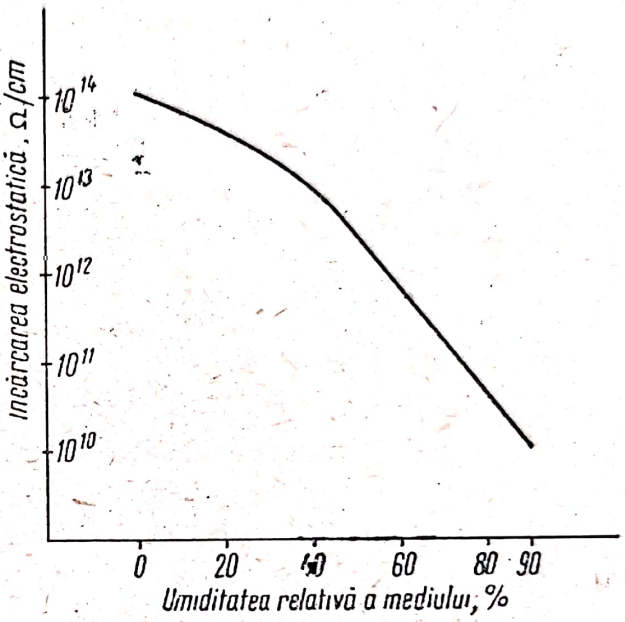


Fig. 12. Variația încărcării electrostatice a fibrelor poliactrilonitrilice în funcție de umiditatea mediului.

— la faza de bobinare finală, pentru orice tip de fibră care se livrează pe bobine conice ;

— la faza de urzire, pentru firele care se depun direct după etirare pe bobine secționale prin urzire ;

— pentru produsele livrate ca fibră sau pală, tratamentul de aviváre antistatică se aplică pe liniile de filare sau etirare în proces continuu pe cablu, preliminar operațiilor de uscare, ondulare și tăiere.

Soluțiile de preparații sînt emulsii speciale conținînd mai mulți componenți pentru a se asigura atît prelucrarea pe fazele următoare pînă la produsul de livrare și pentru prelucrabilitatea la beneficiarii textili, cît și pentru firele care prin texturare reprezintă tratament termic sau faze de uscare și în același timp păstrează gradul de alb al firelor, fiind stabile la autooxidare în timp.

Scanned with OKEN Scanner

În momentul de față concepția despre componenții necesari a fi prezenți într-o rețetă de preparație este orientată în sensul acoperirii tuturor funcțiilor pe care trebuie să le îndeplinească soluția în ansamblu ca : lubrefiere, adeziune, antistatizare, plastifiere — tușeu, higroscopicitate, efect de electrolit și antioxidant, ceea ce conduce de obicei la utilizarea a 7—8 componenți.

Raportul între componente se stabilește, de la caz la caz, prin experimentări sistematice.

În final trebuie ca soluțiile de tratare să asigure, din toate punctele de vedere, etirabilitatea și prelucrarea pe faze la producătorul de fibre, precum și prelucrabilitatea la beneficiarii textili la urzire, țesere, filare etc.

Aceste tratamente sînt, în general, temporare, pentru că trebuie să se îndepărteze prin spălare și își îndeplinesc rolul numai în fazele de prelucrare.

Recepturile folosite sînt de mare importanță pentru calitatea produselor și depind de sortimentele la care se aplică, condițiile de lucru, procesele tehnologice aplicate, tipurile de mașini etc.

În anii precedenți s-au folosit cu predilecție componenți cu caracter antistatic anionici (alcooli și acizi grași sulfatați sau sulfonați), care au fost abandonați pe parcurs, datorită instabilității la temperaturi și la autooxidare în timp.

Uleiurile minerale de calitate superioară și-au menținut rolul ca componenți lubrifianți în emulsiile pentru preparații.

Pe plan general, cunoșințele tehnice actuale au condus la înlocuirea acestora cu produse etoxilate neionice care asigură și stabilitatea.

5. PROPRIETĂȚI OPTICE

Proprietățile optice ale fibrelor care prezintă importanță pentru studierea și aprecierea calității lor sînt :

— indicele de refracție ;
— birefrigența ca efect al gradului de etirare ;
— luciul ;
— gradul de alb.

Birefrigența. Această proprietate este mult studiată în ultimul timp, pentru că este o mărime optică care măsoară gradul de orientare al fibrelor. Birefringența se determină cu ajutorul microscopului cu o adaptare specială.

Scanned with OKEN Scanner

Luciul. Se înţelege prin aspectul strălucitor al fibrelor, transparenţa faţă de razele de lumină care imprimă un luciu intens. Firele filate din topitură şi cele din soluţie datorită unui grad de orientare mare, prezintă un aspect sticlos-lucios, care face neutilizabile produsele în această formă, din cauza transparenţei şi strălucirii. Acest fenomen este utilizat numai pentru produse de efect în unele articole, prin aspectul diferit pe care îl prezintă în amestec cu alte fibre şi pentru destinaţii speciale ca : blănuri, articole tehnice etc. Pentru reducerea aspectului lucios al fibrelor chimice, se utilizează în toate cazurile, introducerea în masa polimerului a unui pigment alb, de obicei bioxid de titan, fin dispersat, care modifică unghiul de reflexie al razelor de lumină, imprimînd produsului un grad de opacitate suficient pentru utilizare, care este proporţional cu cantitatea procentuală de bioxid de titan faţă de polimer.

Fibrele artificiale au de obicei un luciu mai strident, de aceea se înglobează un procent de pigment de 1,5—2%, iar la fibrele sintetice 0,2—0,5% TiO_2.

Măsurarea gradului de mat este foarte importantă, întrucît variaţiile conţinutului în bioxid de titan al fibrelor produce defecte de vopsire. Determinarea se poate face cu aparate optice prin indicele de reflexie, mai exact însă se determină prin analize chimice.

Proba se calcinează cu precauţie în creuzete de porţelan sau de platină şi după îndepărtarea totală a polimerului prin ardere, rămîne cenuşa care conţine agentul de matisare. Calcinarea finală se face la 1 000°C. Creuzetul cu cenuşă se cîntăreşte la balanţa analitică, din care se scade tara creuzetului ; cenuşa se calculează în procente faţă de proba iniţială.

Gradul de alb. Aceasta este o caracteristică de calitate care măsoară intensitatea colorafiei albe a produsului la sfîrşitul procesului de fabricaţie. Gradul de alb este influenţat de toţi factorii care acţionează asupra produsului cu efecte de oxidare, acţiuni termice etc., care pot conduce la îngălbeniri de diferite grade. Păstrarea unui grad de alb convenabil este foarte avantajos, întrucît asigură vopsirea în nuanţe deschise şi aspectul produselor prelucrate albe.

Gradul de alb se măsoară cu aparate optice numite *fotometre* folosindu-se ca etalon sulfat de bariu sau oxid de magneziu, sub formă de plăcuţe, exprimîndu-se în procente din valoarea etalonului. Aceste aparate s-au dovedit a fi insuficient de sensibile şi au fost înlocuite prin *leucometre* (fig. 13), care funcţionează cu celulă fotoelectrică. Proba se poate executa pe fire, fibre, tricoturi şi ţesături.

Scanned with OKEN Scanner

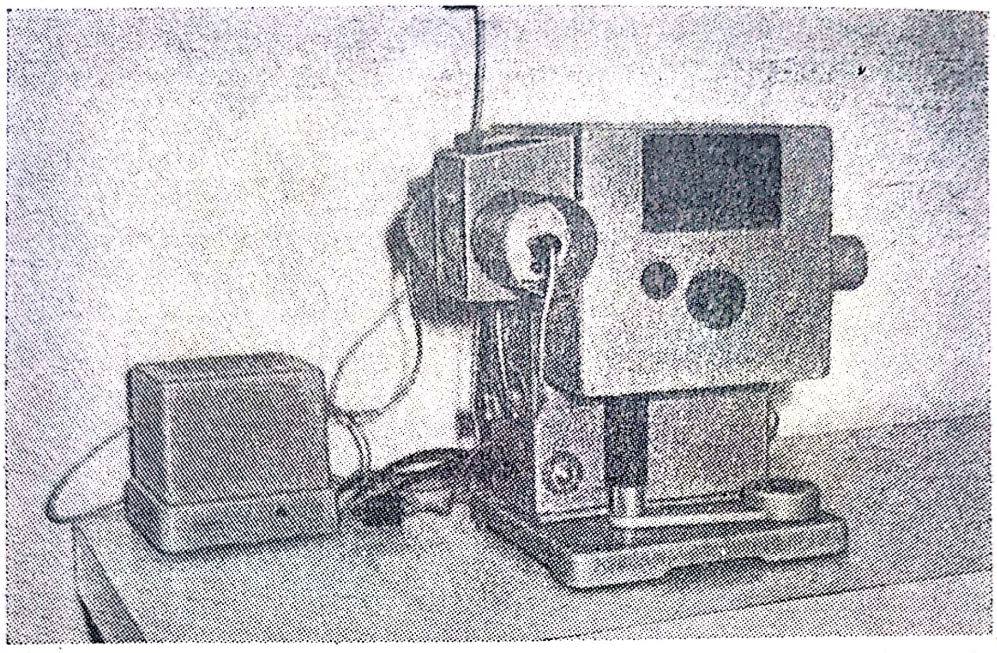


Fig. 13. Aspect exterior al leucometrului.

6. ALTE PROPRIETĂȚI FIZICE

Greutatea specifică și volumul specific. Se înțelege prin greutate specifică, greutatea în gram-forță a unității de volum și se exprimă în gf/cm^3. În mod analog se înțelege prin volum specific, volumul în cm^3, ocupat de un gram de fibră și se exprimă în cm^3/g. Cunoașterea valorilor acestor caracteristici pentru fiecare tip de fibră, în amestecurile folosite în fabricație, este importantă pentru stabilirea tehnologiei și a consumurilor specifice. Valoarea greutății specifice este dependentă de natura polimerului și de tehnologia aplicată în fabricația fibrelor.

Higroscopicitatea. Această caracteristică reprezintă procentul maxim de apă absorbită de polimer din atmosfera ambiantă. Apa se fixează prin legături slabe la grupele funcționale ale polimerului.

Capacitatea de reținere a apei este determinată de natura grupelor funcționale, de gradul de cristalinitate și de structura compactă a polimerului.

Fibrele sintetice, în general, au higroscopicitate mult redusă față de fibrele naturale și artificiale, ceea ce are efecte neplăcute la purtarea produselor, datorită absorbției slabe a transpirației corpului. O altă consecință a acestui fapt este și tendința mare de încărcare electrostatică, tocmai din cauză că produsele expuse în mediul de lucru au un grad de umiditate mic în fire ; uneori făcîndu-se prelucrarea în mediu neclimatizat, fibrele pierd ușor și umiditatea pe care au avut-o inițial, ceea ce condiționează comportarea

Scanned with OKEN Scanner

în prelucrare. Aceste efecte pot lua forme foarte grave, pînă la oprirea totală a operațiilor.

Cantitatea de apă pe care o fibră este capabilă să o absoarbă și să o rețină se numește *repriză legală* și servește la calculul greutății comerciale.

Procentul de repriză sau de umiditate admisă se stabilește de comun acord cu beneficiarii, prin norme interne, standarde și norme internaționale, pentru fiecare tip de fibră în parte, după higroscopicitatea polimerului în cauză.

În tabelul 7 este prezentată, spre comparare, higroscopicitatea diferitelor fibre chimice și naturale.

Tabelul 7

Higroscopicitatea fibrelor chimice și naturale, în %

Denumirea fibrei	Cantitatea de apă absorbită la umezeala relativă a aerului	
	65%	85%
Bumbac	8,0	20,0
Lînă	14,0	28,0
Mătase naturală	11,0	30,0
Fibre viscoză	13,0	30,0
Fibre acetat	7,0	20,0
Fibre proteice	13,0	25,0
Fibre poliamidice	4,5	7,0
Fibre poliacrilonitrilice	1,0	2,0
Fibre poliesterice	0,5	1,0
Fibre polivinilice	0,0	0,1
Fibre polietilenice	0,6	0,05
Fibre polivinilalcoolice	5,5	1,1

Determinarea umidității face parte din lucrările de control al calității și se execută permanent la fire pe loturi, iar la fibre pe balot sau pe grupe de baloturi și servește pentru recalcularea reprizei legale admisă pentru un anumit tip de fibră.

Umiditatea reală, U, a fibrelor se determină prin diferența de greutate rezultată după uscare, raportată la greutatea probei uscate :

$$U = \frac{G_i - G_u}{G_u} \cdot 100,$$

în care : G_i este greutatea inițială a probei ;
G_u — greutatea probei uscate.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru determinarea umidității există mai multe posibilități de analiză :

— uscarea în etuve sub vid, la temperatura de 60°C, pentru evitarea degradărilor ;

— uscarea în aparate speciale, prevăzute cu balanțe pentru măsurarea directă a diferenței de greutate rezultată din uscare. Aceste aparate funcționează cu ventilație și cu reglarea temperaturii ;

— măsurarea rapidă a umidității cu ajutorul aparatelor electronice, care măsoară conductibilitatea electrică a fibrei prin variația umidității. Asemenea aparate se etalonează în prealabil, se numesc *umidometre* și pot fi de diferite tipuri ;

— determinarea umidității pe cale chimică prin extracția probei într-un dizolvant anhidru (agitare la rece) și tirarea apei cu metoda Karl Fischer.

Ondulația. Aceasta este o caracteristică foarte importantă pentru prelucrarea fibrelor scurte. Se înțelege prin ondulație numărul de încrețiri pe care le are fibra pe 1 cm lungime ; aceste încrețiri au rolul de a modifica suprafața lucie alunecoasă a fibrelor obținute din topitură, care se comportă dificil la filarea textilă. Cu cît fibra este mai ondulată, cu atît mai mult se apropie de fibrele naturale (lînă), asigurînd o adeziune bună pe toată gama operațiilor de filare, datorită efectului de frînare pe care-l exercită față de tendința normală de alunecare. De asemenea, ondulația îmbunătățește elasticitatea de volum, o proprietate foarte importantă pentru afînarea fibrei și comportarea la purtare a produselor rezultate.

Fibrele orientate rezultate din procesul tehnologic sînt perfect întinse, iar încrețirea se aplică ulterior prin : procedee chimice pe fibre tăiate (se folosește curent la fibrele celulozice, uneori și la cele sintetice), procedee mecanice în flux continuu prin presarea controlată a cablului într-o cameră de comprimare (crimper).

Încrețirea mecanică, pentru a fi stabilă în operațiile texile, se fixează prin tratament termic. Ondulația se poate exprima prin : numărul de încrețiri pe centimetru și prin diferența procentuală de lungime, între fibra întinsă și cea liberă.

7. PROPRIETĂȚI CHIMICE

Pentru a se putea stabili toate domeniile de utilizare a fibrelor artificiale și sintetice, de importanță deosebită este cunoașterea proprietăților chimice.

Scanned with OKEN Scanner

Proprietăţile chimice, în general, sînt determinate de natura polimerului de bază şi, în mică măsură, de procesul tehnologic.

Cele mai importante proprietăţi chimice care sînt studiate pentru cunoaşterea fibrelor sînt :

— stabilitatea faţă de acizi ;
— stabilitatea faţă de alcalii ;
— stabilitatea faţă de dizolvanţi ;
— stabilitatea faţă de substanţe oxidante ;
— stabilitatea faţă de substanţe reducătoare ;
— comportarea la acţiunea microorganismelor ;
— comportarea la acţiunea luminii şi a agenţilor atmosferici ;
— comportarea faţă de coloranţi (capacitate tinctorială).

În continuare sînt prezentate cîteva date privind comportarea fiecărui tip de fibră faţă de agenţi chimici.

Fibrele celulozice sînt instabile la acţiunea acizilor minerali, la rece şi la cald, fiind hidrolizate cu transformare în glucoză.

La acţiunea alcaliilor celuloza este mult mai stabilă, cu excepţia fracţiunilor de masă moleculară mică, care sînt imediat solubile în alcalii.

Solubilitatea în alcalii a fibrelor de celuloză-hidrat este o metodă de verificare a repartiţiei maselor moleculare. De remarcat că solubilitatea în alcalii pentru fibrele celulozice creşte cu scăderea temperaturii de contact. Această metodă este utilizată şi pentru studierea reactivităţii celulozei. Dizolvanţii organici nu acţionează asupra fibrelor celulozice.

Substanţele oxidante degradează fibrele celulozice în funcţie de durata tratamentului şi de concentraţia agentului oxidant.

Folosirea agenţilor de albire, care în general sînt oxidanţi, nu afectează sensibil proprietăţile fibrei (1—2 g clor/l).

Fibrele proteice nu sînt rezistente la alcalii, sînt însă dizolvate complet la cald de o soluţie 10% de KOH.

Atît fibrele celulozice cît şi cele proteice au o slabă rezistenţă faţă de bacterii, distrugîndu-se uşor prin putrezire, precum şi la acţiunea radiaţiilor ultraviolete.

Fibrele sintetice prezintă, în general, rezistenţe mai mari la acţiunea agenţilor chimici, însă nu în măsură egală, ci după natura polimerului.

Fibrele poliamidice au, în general, o rezistenţă slabă faţă de acizi, producîndu-se degradări importante la concentraţii mici, iar la concentraţii mai mari, dizolvare totală.

În schimb, poliamidele prezintă o rezistenţă mare la acţiunea hidroxizilor alcalini şi a bazelor organice.

Scanned with OKEN Scanner

Stabilitatea poliamidelor este remarcabilă și față de dizolvanții organici cunoscuți în afara dizolvanților specifici (fenoli și cresoli), care au acțiune de degradare și la concentrații mici.

Poliamidele sînt deosebit de sensibile la acțiunea luminii, fiind degradate cu viteză mare de radiațiile ultraviolete. Pigmentul de matisare (TiO_2) distribuit în masa polimerului are un efect de accelerare asupra vitezei de degradare, reducînd rapid valorile caracteristicilor de bază ale produselor respective. Explicarea mecanismului de degradare a poliamidelor are la bază mai multe ipoteze.

Practica a dovedit că prin expunerea polimerului conținînd bioxid de titan la acțiunea luminii față de poliamida din care bioxidul de titan este absent, se degradează mult mai repede.

Acest fenomen cunoscut în cazul fibrelor poliamidice se numește *degradare fotochimică.*

Poliamida este, în general, sensibilă la oxidare și se oxideaza în absența luminii, în special sub acțiunea temperaturii, fenomen numit *degradare termooxidativă.* Aceste proprietăți limitează utilizarea poliamidei în unele scopuri, chiar dacă alte proprietăți sînt remarcabile. Pentru eliminarea acestor deficiențe se folosesc adaosuri în polimer care să îmbunătățească rezistența la lumină și termostabilitatea.

Cele mai răspîndite substanțe folosite în acest scop sînt sărurile organice și anorganice de mangan care, prin reducerea efectului de degradare, datorită unei viteze mai mari de captare a oxigenului, prelungesc durata de utilizare a unui produs folosit în condiții de lumină și temperatură.

Utilizarea stabilizatorilor de lumină și a stabilizatorilor termici este din ce în ce mai larg folosită, mai ales pentru poliamidele desemnate pentru utilizări tehnice.

Fibrele poliacrilonitrilice au rezistențe mari la acțiunea agenților chimici.

Pentru studierea rezistenței chimice a fibrelor acrilice Melana s-au făcut expuneri la diferite concentrații de acizi, baze, dizolvanți, oxidanți, timp de cîteva luni, efectuîndu-se la intervale determinări de rezistență și alungire, pentru a se constata acțiunea de degradare.

Din datele obținute se poate afirma că valorile de degradare se prezintă la cel mai bun nivel pentru această categorie de fibre. Rezultatele acestor încercări sînt reprezentate grafic în fig. 14.

Dacă se face o comparație între rezistența la acțiunea luminii a fibrelor poliamidice și a celor poliacrilonitrilice se constată că acestea din urmă au o rezistență foarte bună la lumină și temperatură.

Scanned with OKEN Scanner

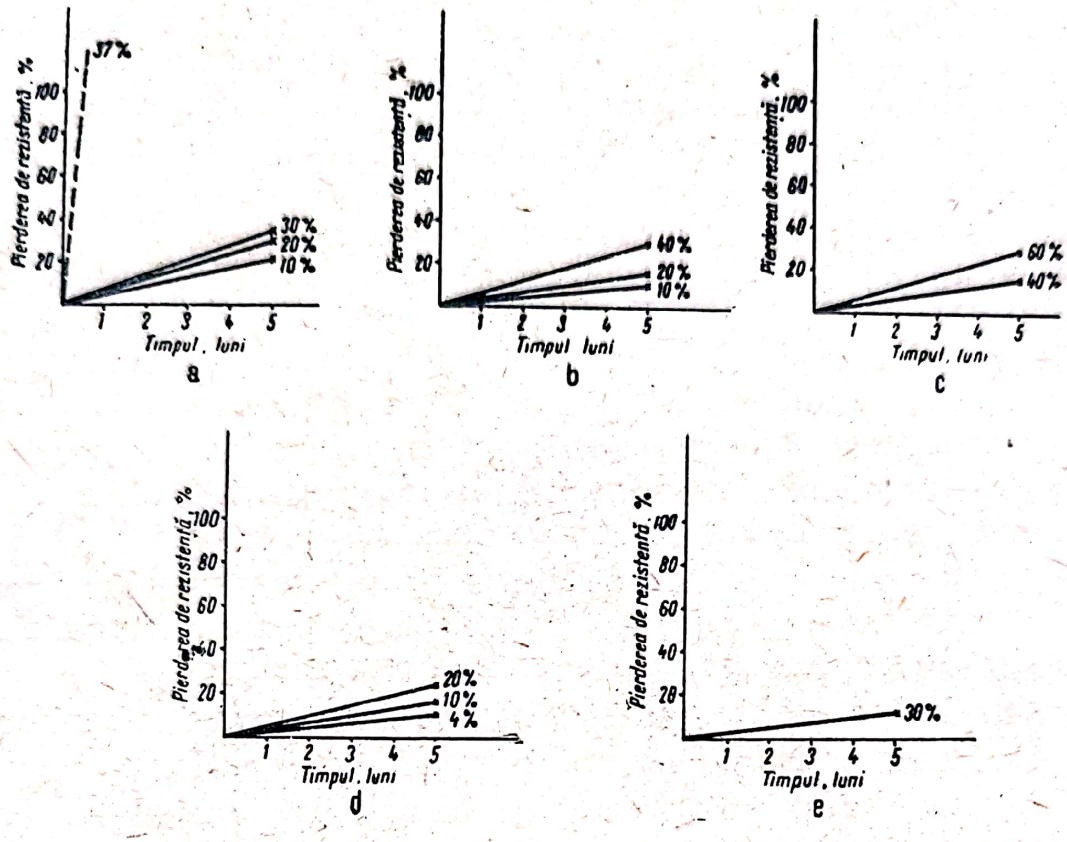


Fig. 14. Diagrama de degradare a fibrei Melana în diferiți agenți chimici: *a* — în HCl; *b* — în HNO_3; *c* — în H_2SO_4; *d* — în NaOH; *e* — în perhidrol (H_2O_2).

De asemenea, fibrele poliacrilonitrilice sînt foarte rezistente la acțiunea dizolvanților organici și a oxidanților.

Rezistența la acțiunea microorganismelor este deosebit de mare. Dizolvanții specifici sînt: carbonatul de etilenă, carbonatul de propilenă, dimetilsulfoxidul, clorura de zinc, dimetil-formamida, tiocianatul de sodiu etc., care în cantități mici au o acțiune parțială de dizolvare.

Fibrele poliesterice sînt stabile la acțiunea acizilor organici și mai puțin stabile la cea a acizilor anorganici. Acidul azotic concentrat dizolvă fibrele poliesterice la temperaturi joase. În general, ele sînt mai rezistente la acțiunea acizilor decît fibrele poliamidice și mai puțin rezistente decît acestea la acțiunea alcaliilor.

Sînt foarte stabile la acțiunea luminii și oxidanților.

8. PROPRIETĂȚI TINCTORIALE

Aceste proprietăți ale fibrelor chimice, legate de afinitatea pentru coloranți, reprezintă o categorie de proprietăți deosebit de importantă în finisarea produselor.

Scanned with OKEN Scanner

În general, cele mai multe tipuri de fibre prezintă afinităţi satisfăcătoare faţă de o anumită clasă de coloranţi, datorită prezenţei unor grupe reactive în molecula lor care reacţionează cu coloranţii. Legătura colorant — fibră este determinată, în general, de o reacţie chimică dintre coloranţi şi grupele reactive ale polimerului.

În afară de acestea, difuziunea coloranţilor în interiorul macromoleculei este determinată de natura polimerului, de starea cristalină, de gradul de orientare şi de condiţiile chimice şi termice ale procesului.

Există polimeri cu proprietăţi îmbunătăţite de difuziune, care uşurează pătrunderea colorantului în interiorul fibrei şi posibilitatea de fixare a acestora la grupele reactive.

Condiţiile în care decurge procesul de vopsire şi natura sau clasa coloranţilor aleşi au mare influenţă asupra uniformităţii vopsirii şi a rezistenţei la tratamente umede a vopsirilor.

Un pericol deosebit pentru finisare este tocmai neuniformitatea vopsirii. Apariţia defecţiunilor sub formă de dungi cu nuanţe diferite, care duc la degradarea materialelor, este de multe ori legată direct de modul cum a fost condusă operaţia de vopsire şi de natura colorantului ales.

Afinitatea fibrelor artificiale şi sintetice faţă de diferitele clase de coloranţi se datoreşte reacţiei dintre unele grupe funcţionale sau grupe terminale şi coloranţi, procesul de difuziune fiind influenţat de compoziţia polimerului.

Fibrele artificiale celulozice prezintă afinitate mare pentru coloranţi direcţi ; datorită grupelor OH, difuziunea este puternică şi capacitatea de absorbţie a soluţiei de colorant prin fibre este mare. Fibrele celulozice, datorită rezistenţei bune la medii alcaline, permit vopsirea cu coloranţi indantren şi naftoli, care dau o rezistenţă superioară vopsirilor. Fibrele poliamidice prezintă grupe terminale NH_2 şi COOH. Grupele NH_2 permit legarea chimică cantitativă de coloranţii acizi. Se vopsesc în mod similar cu lîna şi mătasea naturală, datorită structurii chimice apropiate.

Coloranţii acizi, în cazul produselor poliamidice, scot în evidenţă diferenţele chimice dintre firele care constituie materialul respectiv. Aceasta se explică prin neomogenitatea cantitativă a grupelor NH_2 din fire.

Fibrele poliamidice se vopsesc şi cu coloranţi direcţi, care pun în evidenţă atît diferenţele fizice cît şi cele chimice. Coloranţii

Scanned with OKEN Scanner

direcţi şi acizi se folosesc pentru culori intense. În ambele cazuri, pentru uniformitatea vopsirilor este absolut necesară omogenitatea structurală a firelor.

O altă grupă de coloranţi, utilizabilă pentru fibrele sintetice în general, este grupa coloranţilor de dispersie, care spre deosebire de celelalte categorii nu reacţionează cu fibra, ci se dizolvă în spaţiile intermoleculare ale polimerului, prin fenomene de difuziune. În general, se folosesc numai pentru culori deschise, rareori pentru culori medii, întrucît au rezistenţe mai slabe la tratamente umede şi lumină, tocmai pentru faptul că nu se fixează prin reacţii chimice de fibră.

Coloranţii de dispersie au proprietatea de a acoperi neuniformităţile fizice şi chimice ale fibrelor şi sînt indicaţi în mod special pentru fibre poliamidice, în scopul eliminării dungilor din ţesături.

Pentru controlul capacităţii tinctoriale se folosesc metode analitice de tratare cu coloranţi etalon prin analiză colorimetrică.

Fibrele poliacrilonitrilice, după compoziţia lor chimică, pot conţine grupe acide sau grupe bazice. Majoritatea tipurilor de fibre acrilice din lume conţin grupe acide, motiv pentru care se folosesc pentru vopsire coloranţi bazici selecţionaţi, care permit culori intense şi rezistente.

Coloranţii de dispersie se pot aplica şi în acest caz pentru culorile deschise şi medii.

Cantitatea maximă de colorant pe care o anumită fibră este capabilă să o reţină prin legătură chimică se numeşte *grad de saturare* şi se exprimă în g colorant/100 g fibră sau în mg colorant/g fibră. Valorile se referă la coloranţii chimici puri.

În cazul coloranţilor tehnici se stabilesc factori de corecţie. Verificarea gradului de saturare este utilizată frecvent în lucrările coloristice de laborator.

Pentru realizarea practică se aplică diferite metode care, reproduse în condiţii tipizate, servesc la compararea afinităţii tinctoriale a diferitelor tipuri de fibre sau la stabilirea reţetelor de vopsire.

În cazul rigidităţii fibrelor faţă de difuziunea coloranţilor se îmbunătăţeşte compoziţia copolimerului respectiv pentru a uşura vopsirea şi a asigura contactul dintre coloranţi şi fibră în condiţii optime. Există, însă, cîteva categorii de fibre a căror vopsire este foarte dificilă, tocmai din lipsă de grupe reactive faţă de coloranţi, ceea ce a dus la descoperirea altor posibilităţi de vopsire şi categorii de coloranţi speciali. Este cazul fibrelor de esteri ai celulozei, polietilenice, polipropilenice etc.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru soluționarea acestor cazuri s-a ajuns la procedeul de vopsire în masă prin introducerea de pigmenți coloranți în polimer, similar cu operația de matisare, rezultînd fibre direct colorate din filare. Există o tendință, în prezent, de a se extinde vopsirea în masă chiar și pentru fibrele care au afinitate pentru mai multe clase de coloranți, datorită avantajelor economice pe care le prezintă.

Proprietățile tinctoriale ale fibrelor chimice constituie o problemă deschisă, cu multiple aspecte calitative și economice, care nu poate fi desprinsă de industria producătorilor de fibre și fire.

Întrucît fibrele acrilice prezintă cele mai multe probleme pentru aplicarea vopsirii cu bune rezultate, prezentăm metodele de laborator necesare pentru caracterizarea tinctorială a acestora :

— determinarea gradului de saturare ;

— determinarea vitezei de vopsire ;

— determinarea intensității de vopsire.

Gradul de saturare. După definiția de mai înainte, gradul de saturare exprimă cantitatea de colorant-etalon în grame care poate fi reținut de 100 g fibră în condițiile de vopsire standard. Principiul determinării constă în determinarea colorimetrică a cantității de colorant rămasă în soluție după vopsire, în condiții controlate a probei cu albastru de metilen.

Măsurarea colorimetrică a probei se execută după ce se trasează curba de etalonare cu concentrații diferite și cunoscute de colorant. Gradul de saturare G_s se calculează cu formula :

$$G_s = \frac{V \cdot C_1 - 1000\, C_2}{m} \times 100,$$

în care : V este volumul soluției de colorant introdus în baia de vopsire ;

C_1 — concentrația soluției de colorant, în g/cm^3 ;

C_2 — concentrația soluției reziduale de colorant, în g/cm^3 ;

m — masa fibrei luată în probă, în g.

Viteza de vopsire. Reprezintă cantitatea de colorant reținută de fibră în unitatea de timp.

În principiu se pregătesc mai multe probe în serie, în care se introduce aceeași cantitate de colorant și se aplică aceleași condiții de vopsire. Citirea se face tot la colorimetru, după aceeași metodă ca la gradul de saturare, cu precizarea că fiecare probă este întreruptă la interval de 15′ una de alta.

Scanned with OKEN Scanner

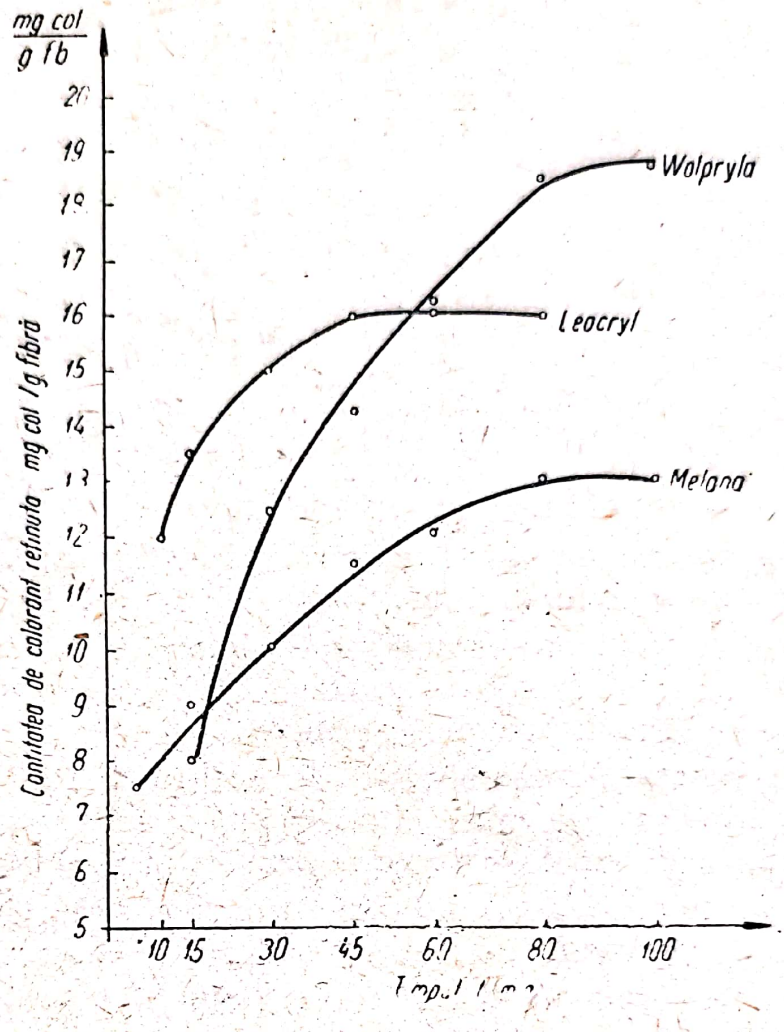


Fig. 15. Diagrama vitezei de vopsire la diferite fibre acrilice.

Se trasează o curbă (fig. 15) ; echiv. gram/gram fibră, în funcție de t, în min. $echiv. = \frac{S \cdot C \cdot 10^{-5}}{M}$,

unde : S reprezintă colorant la 1 g fibră ;

C — concentrația colorantului (%) ;

M — greutatea moleculară a colorantului.

Din alura curbei, în comparație cu diferite probe, se poate aprecia viteza de vopsire. Determinarea este utilă pentru studierea diferitelor tipuri de fibre și stabilirea tehnologiei de vopsire.

Intensitatea de vopsire. Reprezintă nuanța care poate fi obținută după un test de vopsire la epuizare. Se utilizează un colorant industrial ales ca referință. Se măsoară gradul de reflexie al probei vopsite la Leucometru sau alt aparat.

Intensitatea culorii poate fi măsurată prin reflexia luminii care cade pe probă.

B. STRUCTURA FIBRELOR CHIMICE

Se înțelege prin *structura polimerului* sau *fibrei polimere* un complex de proprietăți de natură chimică, fizică și fizico-chimică care-l caracterizează și care în același timp determină comportarea în procesul de fabricație și valorile parametrilor calitativi principali ale firelor și fibrelor finite.

Proprietățile structurale de natură chimică. Aceste proprietăți sînt determinate de :

— funcțiile chimice principale ale polimerului și polaritatea acestora ;

— greutatea moleculară medie ;

— polidispersitatea moleculară (diagrama de distribuție a fracțiunilor de polimer-homologi) ;

— consolidarea macromoleculelor „fire" prin formarea legăturilor de hidrogen în procesul de fabricație, pentru realizarea proprietăților fizico-mecanice necesare.

Proprietățile structurale de natură fizică. În această categorie se încadrează cea mai importantă proprietate a polimerilor filabili *„capacitatea de orientare prin etirare și de cristalizare"*.

La filarea unui polimer din topitură intervine procesul de topire și procesul de reformare prin răcire care este parțial un proces de cristalizare, prin analogie cu cristalizarea moleculelor obișnuite.

Macromoleculele de diferite tipuri prezintă sisteme cristaline specifice care uneori se transformă în timp sub influența unor factori, trecînd prin diferite sisteme denumite *„instabile"*, la forma stabilă specifică polimerului.

În momentul formării fibrelor, ca urmare a solidificării polimerului (la filarea din topitură sau la fibra din soluție) macromoleculele sînt așezate liber, dezordonat. O parte din masa polimerului solidificat are structură cristalină, ceea ce înseamnă o rețea de o anumită geometrie, și o parte are o structură amorfă.

În acest stadiu proprietățile fibrei sînt nedefinite, inferioare și o fac neutilizabilă. Aplicîndu-se operația de etirare (întinderea filamentelor), se realizează orientarea macromoleculelor odată cu creșterea proporției de masă cristalină (cristalinitatea) în raport cu masa amorfă.

În procesul de orientare legăturile polare din macromoleculele învecinate formează, după cum s-a arătat mai înainte, legături de hidrogen care consolidează agregatul macromoleculelor trans-

Scanned with OKEN Scanner

format în fibră, conferind prin aceasta proprietăţi fizico-mecanice superioare.

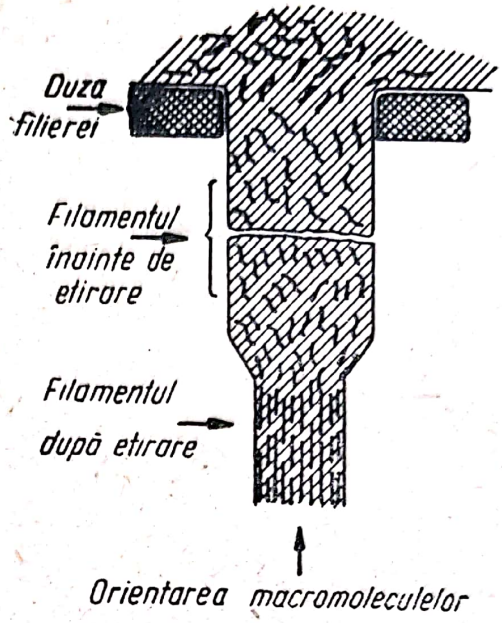
Prin legături de hidrogen se realizează cea mai puternică energie de legătură între moleculele şi valoarea acestei energii care este determinată de natura chimică a grupelor funcţionale polare din macromoleculele polimerului.

Legăturile de hidrogen se creează prin intermediul unui atom de H (electropozitiv) între atomi electronegativi ca O, N. Cl, etc. :

$$=C=C\ldots H-N=$$
(poliamide)
$$=C=C\ldots H-C\equiv$$
(poliesteri)
$$=C=N\ldots H-C\equiv$$
(polinitrilacril)

În fig. 16 se exemplifică modul de formare a legăturilor de hidrogen într-un agregat molecular de poliamidă-6 orientat prin etirare între lanţurile polimere-vecine.

Rearanjarea unor părţi din masa polimerului în edificiu cristalin cu geometria specifică sistemului conferă cristalinitatea structurală. Faza cristalină este distribuită în masa amorfă a polimerului sub forma unor zone numite *cristalite*.



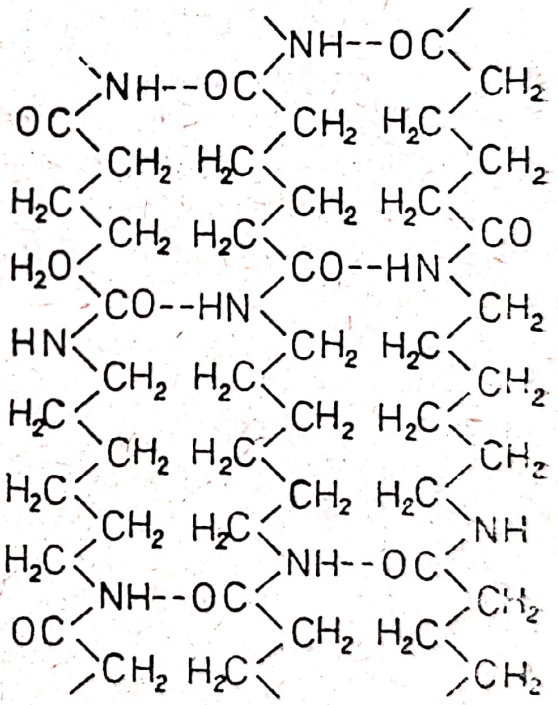


Fig. 16. Modul de formare a legăturilor de hidrogen între lanţurile moleculare învecinate pentru poliamida 6.

Prin orientarea macromoleculelor polimere la etirare se creşte procentul de cristalinitate al polimerului, proporţional cu gradul de întindere aplicat.

Cristalinitatea este cu atît mai mare cu cît gradul de polimerizare este mai mare şi raportul de etirare aplicat mai mare.

Scanned with OKEN Scanner

Cristalinitatea avansată conferă proprietăţi fizico-mecanice superioare, stabilite la agenţi chimici, deplasează punctele de topire, dar în acelaşi timp conduce la dificultăţi în procesele bazate pe difuzie la spălare, vopsire şi alte fenomene.

De aceea, gradul de orientare prin etirare în procesele de fabricaţie se conduce în condiţii care să satisfacă toate aspectele care privesc comportarea în fabricaţie, prelucrabilitate şi purtarea produselor.

Cristalinitatea macromoleculelor se studiază în special prin :

— metode röntgenografice (raze X) ;

— metode optice (birefringenţa).

Aceste metode se aplică pentru cercetarea fenomenelor pe faze, nu se aplică pentru controlul curent al fabricaţiei.

O altă caracteristică de structură fizică este *compactitatea fibrei*. Compactitatea fibrei are influenţă asupra proprietăţilor de luciu, transparenţă, intensitatea vopsirii, prelucrabilităţii textile etc.

În cazul filării din topitură structura este mai compactă, ceea ce conduce la transparenţă şi luciu caracteristic.

În cazul *filării din soluţie*, datorită procentului redus de polimer în soluţia de filare şi fenomenelor de difuzie prin care se reformează sub formă de fibră, structura nu este compactă, prezentînd zone microcavitare de o geometrie determinată de procesul respectiv. Această structură „microcavitară“ sau „microporoasă“ este nedorită întrucît produce efecte de matizare, efecte de vopsire mai deschise, instabilitate la tratamente umido-termice. Procesele tehnologice trebuie să fie conduse, în acest caz, pentru asigurarea compactităţii convenabile.

Pentru unele fibre cu proprietăţi speciale porozitatea este folosită ca o direcţie de creştere a hidrofiliei fibrelor.

Fibrele cu o structură totală compactă (fibrele poliamidice, poliesterice, polipropilenice) sînt mai „hidrofobe“ şi produc efecte fiziologice neplăcute la purtare, încărcare electrostatică etc.

De aceea, se aplică procedee care să distrugă într-un fel compactitatea macromoleculei şi care conferă proprietăţi de purtare îmbunătăţite.

Aceste posibilităţi tehnice sînt :

— obţinerea filamentelor cu secţiuni nerotunde (profilate) de diferite forme ;

Scanned with OKEN Scanner

— utilizarea secțiunilor cu canale în interiorul filamentelor (fire cu lumen).

În ultimul timp acestea se extind atît datorită posibilităților de absorbție și tratare antistatică cît și pentru voluminozitatea fibrei ;

— texturarea prin diferite procedee după etirarea firelor, sau etirare — texturarea continuă ;

— modificarea structurii prin filarea bicomponentă și biconstituentă.

Aceste procedee se vor trata și la capitolul privind sortimentele de fire și fibre (cap. XI).

În practică se determină, pentru fiecare tehnologie, relațiile dintre caracteristicile necesare și structură, pentru a se asigura calitatea produselor.

Structura fibrelor în ceea ce privește compactitatea și porozitatea se studiază în mod curent prin :

— metode de microscopie optică ;

— metode de microscopie electronică ;

— metode porozimetrice și altele.

C. IDENTIFICAREA FIBRELOR CHIMICE

Fibrele chimice în produsele textile sînt folosite în diferite forme, simple sau în amestec cu alte fibre, în proporții variate.

Pentru studierea completă a fibrelor chimice, în special în cazul amestecurilor, sau cînd se prezintă un produs necunoscut, este necesar să se însușească metodele de identificare a fibrelor chimice, de stabilire a tipului de fibră, după anumite proprietăți specifice. Pentru a nu se ajunge la concluzii eronate sau parțiale este necesar să se încerce toate metodele care pot preciza fibra căutată.

Pentru pregătirea probelor, înainte de a le supune la diferite încercări, se recomandă a fi degresate prin extracție cu dizolvanți, pentru îndepărtarea substanțelor grase de avivare, de uleiere, de apretare, care ar putea împiedica obținerea rezultatelor corecte.

Metodele de identificare se împart în metode fizice și chimice.

Scanned with OKEN Scanner

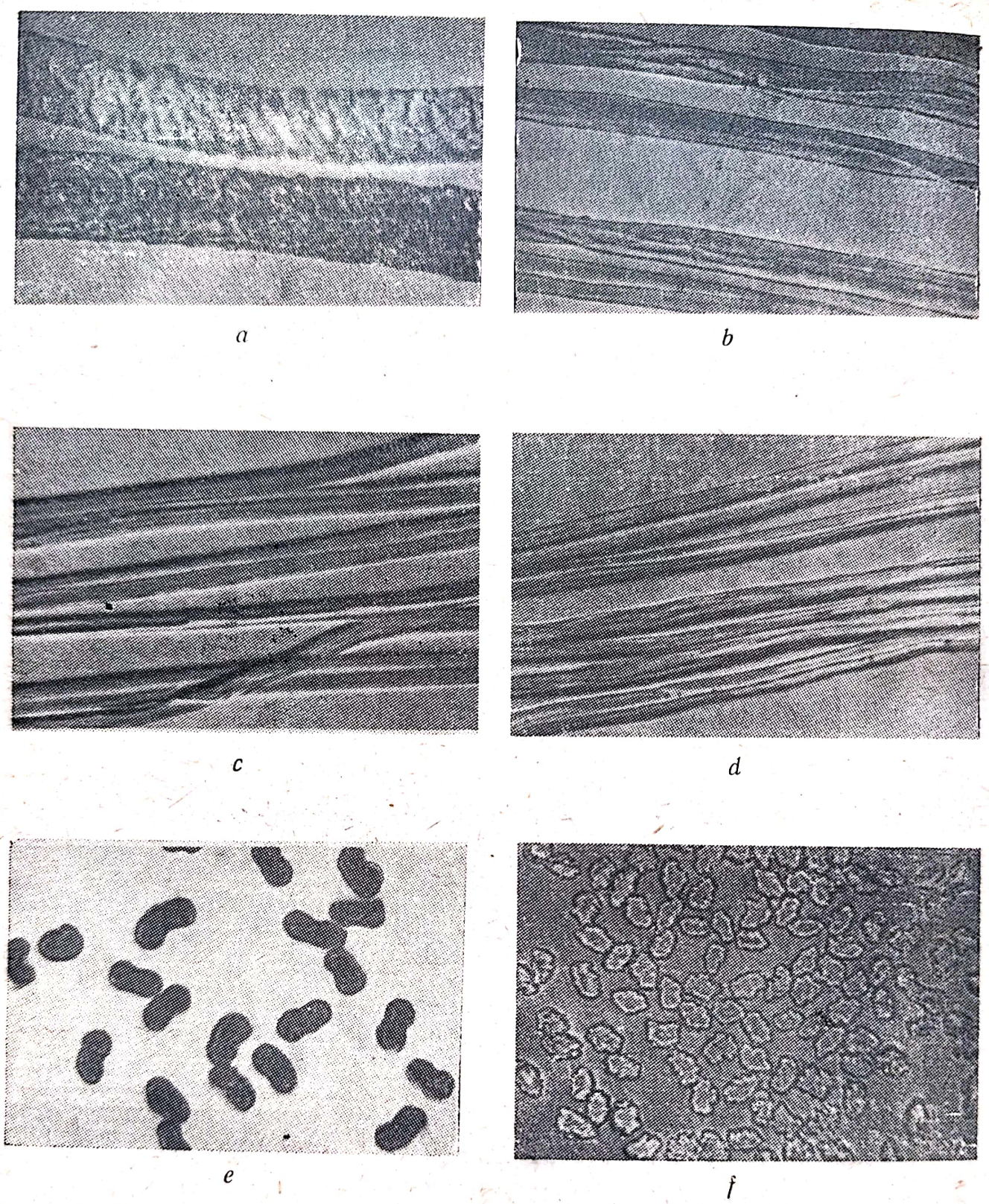


Fig. 17. Imaginea microscopică specifică diferitelor tipuri de fibre (exemple)
a — aspect longitudinal al fibrelor de lînă naturală. Prezintă solzi specifici ; *b* — bumbac natural. Se remarcă din loc în loc torsionarea filamentelor, fenomen caracteristic ; *c* — fibre sintetice filate din topitură (PA-6). Se remarcă forma cilindrică și întinsă datorită etirării ; *d* — aspect longitudinal al fibrelor acrilice filate umed. Se văd striațiuni și neregularități longitudinale ; *e* — secțiune transversală în fibre acrilice. Forma reniformă este specifică ; *f* — secțiune transversală în celofibră obișnuită. Se remarcă contur foarte neregulat specific.

Scanned with OKEN Scanner

1. METODE FIZICE

În această categorie intră observarea microscopică, analize cu raze X, analize spectrale în infraroșu, determinări de punct de topire, indice de refracție, greutate specifică etc.

Observarea microscopică a aspectului longitudinal al fibrelor și a secțiunii transversale este cea mai simplă operație care poate să dea indicații importante asupra tipului de fibră (fig. 17).

Fibrele filate din topitură au secțiunea perfect cilindrică, prezintă transparență accentuată, au marginile ușor conturate și sînt perfect întinse, ceea ce indică un proces de etirare. Spre deosebire de acestea, fibrele filate din soluție, care prezintă caneluri longitudinale, au conturul secțiunii neregulat, de diferite forme, după natura fibrei.

2. METODE CHIMICE

Aceste metode se bazează pe reacții de colorare, dizolvare selectivă, comportare la ardere și piroliză, determinarea grupelor funcționale și a grupelor terminale specifice, afinitatea față de o anumită clasă de coloranți și reacții speciale care să pună în evidență un anumit element component (N_2, S, Cl_2 etc.).

Reacții de colorare. Se utilizează teste de culoare cu coloranți tip, care pentru fiecare categorie de fibră are o coloratie distinctă. După vopsire, timp de cîteva minute în colorantul indicator, culoarea sa developează prin clătire cu apă alcalinizată cu amoniac.

Dizolvarea selectivă. Încercările de dizolvare a fibrelor cu dizolvanți specifici, selectivi, pune în evidență categoria de fibră. Comportarea față de dizolvanți (tabelul 8) este un sistem deosebit de eficace, nu numai pentru analiza calitativă, fiind folosit în mod curent la separarea a 2—3 categorii de fibre în amestec, dar și pentru analiză cantitativă.

În afară de aceste indicații, care pot servi la analize calitative și cantitative, se constată, pe plan mondial, tendința continuă de descoperire a altor posibilități analitice moderne în paralel cu numărul mare de fibre care se dezvoltă (tabelul 9).

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 8

Tabel pentru identificarea fibrelor chimice prin solvire

<table>
<tr><td colspan="10">Acetonă caldă</td></tr>
<tr><td colspan="3">Solubil</td><td colspan="7">Insolubil</td></tr>
<tr><td colspan="3">Acetonă/apă 80/20, 5 min. la rece</td><td colspan="7">Acid acetic glacial, la fierbere</td></tr>
<tr><td>Solubil</td><td colspan="2">Insolubil</td><td colspan="3">Solubil</td><td colspan="4">Insolubil</td></tr>
<tr><td></td><td colspan="2">Cloroform, 5 min, la rece</td><td colspan="3">Ciclohexanonă, la Fierbere</td><td colspan="4">Tetrahidrofuran, la rece</td></tr>
<tr><td></td><td>Solubil</td><td>Insolubil</td><td>Solubil</td><td colspan="2">Insolubil</td><td>Solubil</td><td colspan="3">insolubil</td></tr>
<tr><td rowspan="4"></td><td rowspan="4"></td><td rowspan="4"></td><td rowspan="4"></td><td colspan="2">DMF/Acid formic 85% 75/25 la fierbere</td><td rowspan="4"></td><td colspan="3">Dimetilformamida fierbinte</td></tr>
<tr><td rowspan="3">Insolubil</td><td>Solubil</td><td colspan="2">Insolubil</td></tr>
<tr><td></td><td colspan="2">Xilen fierbinte</td></tr>
<tr><td></td><td>Solubil</td><td>Insolubil</td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td>Nitrobenzen fierbinte</td></tr>
<tr><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td>solubil</td></tr>
<tr><td>Acetat</td><td>Triacetat</td><td>Dynel</td><td>Poliamid 11</td><td>Poliamid 6</td><td>Poliamid 66</td><td>PVC</td><td>PAN</td><td>Polipropilenă</td><td>Polister</td></tr>
</table>

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 9

Mersul analizei pentru identificarea amestecurilor de fibre

Acetonă rece, 10 min.										
Solubil	Insolubil									
Diluarea soluției cu apă	Soluție NacH, 5% la fierbere 5 min.									
Tulburare	Solubil		Insolubil							
	Răcirea soluției acidulare cu HCl, tulbure		Spălarea probei cu apă, Acid acetic glacial, fierbere 1 min.							
	Proba cu acetat Pb		Solubil	Insolubil						
			Răcirea soluției diluare cu	Tetrahidrofuran rece						
	Pozitiv	Negativ	Apă, tulburare	Solubil	Insolubil					
				Diluarea soluției cu apă, tulburare	Solubil	DMF fierbere 2 min.				
					Răcirea soluției cu apă + 2 pic. sol. NaOH floculare	Insolubil				
						Xilen fierbere				
						Solubil	Insolubil			
						Răcirea soluției floculare	Nitrobenzen fierbere 2 min			
							Solubil	Insolubil		
							Răcirea soluției floculare			
Acetat, triacetat, PVC	Lînă	Mătase	Poliamid	Policlorură de vinil	PAN	Polipropilenă	Poliester	Fibră celulozică		

D. CONTROLUL CALITĂȚII ȘI CONDIȚII DE CALITATE

Caracterizarea fibrelor și firelor, pentru proprietățile prezentate mai înainte, se realizează practic după metodele generale descrise.

Programul de control în fabricație este stabilit atît pentru fazele intermediare cît și pentru produsele finite.

Livrarea produselor este, în mod obligatoriu, însoțită de buletinul de analiză corespunzător lotului, emis de organul de control tehnic, cuprinzînd rezultatele analitice prevăzute în normele și standardele respective.

În general, programul de control cuprinde verificarea proprietăților care pot fi influențate de procesul tehnologic, urmărindu-se menținerea cît mai uniformă a valorilor în limitele admise. Unele proprietăți care sînt specifice polimerului în cauză nu este necesar să fie verificate permanent pentru producția curentă, dar sînt utilizate în studii și cercetări.

Condiții pentru caracterizarea calității. Pentru a exemplifica modul de caracterizare a calității la livrarea producției, în tabelele 10—13 se prezintă condițiile tehnice pentru evaluarea calității unor sortimente principale de fire și fibre chimice.

Alte observații privind controlul calității. Pentru ca probele analizate la control să fie reprezentative, se impune ca prelevarea probelor să fie executată corect.

Tehnica pregătirii probelor de fire și fibre chimice este prevăzută în detaliu în STAS 7360/73 și 7355/75 și trebuie aplicată întocmai de factorii care execută controlul.

În afara verificării caracteristicilor de bază se iau în considerare și alte aspecte în vederea asigurării protecției calității în timpul transportului, depozitării și prelucrării la beneficiari : marcarea riguroasă după indicațiile stabilite, ambalarea corectă, respectînd calitatea ambalajului, depozitarea în mediu corespunzător pe loturi, livrarea potrivit cu criteriile cerute pentru fiecare destinație, respectînd loturile și șarjele de fabricație pe beneficiari.

Scanned with OKEN Scanner

Livrarea producţiei de fire şi fibre chimice presupune o organizare şi disciplină exigentă în permanenţă, atît în fabricaiţe cît şi în celelate operaţii pînă la beneficiari.

O bună organizare elimină posibilităţile de amestecare, greşeli de livrare, degradări etc. care pot produce pierderi mari în prelucrarea textilă.

Tabelul 10

Caracteristicile tehnice ale fibrei poliesterice „Terom" tip bumbac STAS 8828—77

Caracteristici	Unitatea de	Valori
Densitatea de lungime nominală	dtex (den)	1,32 (1,2) ; 1,43 (1,3) ; 1,65 (1,5
Abateri limită la densitatea de lungime nominală	%	± 7
Tenacitate		
— pentru fibre de 1,32 dtex şi 1,43 dtex	CN/dtex, min g/den, min	4,9 5,5
— pentru fibre de 1,65 dtex	CN/dtex, min g/den, min	4,4 5,0
Alungire la rupere		
— pentru fibră de : 1,32 dtex şi 1,43 dtex	%	20—30
— pentru fibră de 1,65 dtex	%	22—32
Lungimea nominală de tăiere a fibrei	mm	32 ; 34 ; 38 ; 40 ; 50 ; 60
Coeficientul de variaţie a lungimii nominale de tăiere	% max	7
Fibre de lungimi multiple	% max	0,005
Fibre cu lungimi sub 80% din lungimea nominală de tăiere	% max	1,0
Fibre cu lungimi peste 110% din lungimea nominală de tăiere	% max	0,5
Substanţe de avivare şi antistatizare	% max	0,5
Grad alb	% min	80
Contracţie la fierbere	% max	5

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 11

Caracteristicile palelor voluminoase din fibre acrilice tip lină, nevopsite, (STAS 10660—78)

Caracteristici	Unitatea de măsură	Valori		
		Calitate extra	Calitatea I	Calitatea a II-a
Densitatea de lungime nominală a fibrei	dtex (den)		3,3(3)	
Abateri limită de la densitatea de lungime a fibrei	dtex	±0,4	±0,4	±0,5
Lungimea bărbii	mm		80...110	
Fibre cu lungimea sub 30 mm	%, max	6,0	6,0	7,0
Fibre cu lungimea peste 180 mm	%, max	1,3	1,3	1,8
Masa nominală a palei	g/m		21	
Abateri limită la masa palei	g/m	±2	±2	±2,1
Tenacitate	cN/dtex (gf/den)min	2,2 (2,5)	(2,3)	1,8 (2,1)
Contracția la fierbere	%	18...22	16...22,5	15...24
Încrețituri pe cm.	min		2,5	
Gradul de alb pentru pale albe natur	%, min	75	75	73
Nopeuri cu diametrul de 1,5...3 mm	buc/g, max.	0,1	0,27	0,5
Aglomerări de fibre și fibre lipite	buc/g, max.	0,08	0,15	0,3
Particule compacte	buc/g max.	lipsă	0,008	0,01

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 12

Caracteristicile firelor „Relon" supraelastice răsucite (STAS 7102—78)

Structura firului	Densitate de lungime rezultantă nominală dtex (den)	Abateri limită la densitatea de lungime rezultantă, %	
76 dtex f20 t x 2S120	167(150)	±4	
111 dtex f(20) to x 2S120	228(205)	±3	
	Unitatea de măsură	Densitatea de lungime	
		167 dtex	228 dtex
Tenacitatea	cN/dtex gf/den	3,0 3,4	3,0 3,4
Alungire la rupere	%	26...40	26...40
Tensiunea nominală	t/m	120	120
Abateri limită la torsiunea nominală	%	±10	
Gradul de echilibru al torsiunii	ture, max.	20	20
Contracția la texturare	%	30...49	30...49
Grad de alb	% min	78	

Tabelul 13

Condiții tehnice ale rețelelor cord din fire relon 1400 dtex (1260 den) f 210Z 390 x 253% (STAS 8283/2—1977)

Caracteristici	Unitatea de măsură	Condiții de admisibilitate	
		Calitatea I	Calit. a II-a
Densitatea de lungime	kgf/min	3166	3222
Densitate nominală		(2850)	(2900)
Sarcina la rupere	kgf/min	21,0	19,8
Alungirea la rupere	%	27±3	27±3
Alungirea sub 6,7 (kgf) sarcină	%	12,5±1	12,5±1,7
Termostabilitate	% min	83	83
Contracție în aer cald	% max	10,0	10,5
Conținut de extract total	% max	3,5	3,5

Scanned with OKEN Scanner

Publicarea tuturor normativelor de calitate utilizate pentru evaluarea produselor de livrare ar ocupa un volum prea mare în acest material.

Se indică, pentru a uşura munca celor interesaţi să cunoască în detaliu parametrii calitativi pe sortimente, lista principalelor acte normative ale producţiei actuale.

Aceste materiale pot fi consultate la serviciile tehnice ale unităţilor producătoare de fire şi fibre sau în laboratorul de fabricaţie şi recepţie ale acestora.

L I S T A

sortimentelor de fire şi fibre chimice şi actele normative de calitate în vigoare

Nrt. crt.	Denumirea produsului	Act normativ de calitatea în vigoare
0	1	2
	I. Fire poliamidice	
1.	Fire PA torsionate, pentru ţesături şi tricotaje	STAS 9363—76
2.	Fire PA netorsionate pentru ţesături şi tricotaje	STAS 9845—76
3.	Fire PA, torsionate, netratate umido-termic pentru ţesături şi tricotaje	MICh—N I 7855—80
4.	Fire PA de 210 den, simple şi răsucite	MICh—NII 2457—76
5.	Fire PA pentru blănuri sintetice, 168 den	MICh—NII 4004—76
6.	Aţă de cusut din poliamidă 6	MICh—NII 5744—76
7.	Fire poliamidice cablate	MICh—NII 5254—73
8.	Fire PA, texturate, supraelastice, răsucite, 70×2 den şi 100×2 den	STAS 7102—78
9.	Fire PA texturate, supraelastice răsucite 40×2 den	MICh—NII 7980—81
10.	Fire PA texturate, supraelastice simple (20×1, 40×1, 70×1, 100×1 den)	MICh—NII 6817—76
11.	Fire PA texturate, voluminoase, Relontex	MICh—NII 3527—76
12.	Fire PA texturate voluminoase pentru articole plușate	MICh—NII 7324—77
13.	Fire PA texturate supraelastice, multiplicate pentru tricotaje manuale	MICh—NII 7524—78
14.	Fire PA texturate pentru covoare şi produse decorative (1200, 2400, 3600 şi 7200 den).	STAS 11192—78
15.	Fire PA, netexturate pentru covoare tip electropluş (3600×4 den)	MICh—NID 6919—76

Scanned with OKEN Scanner

0	1	2
16.	Fire PA tip covor (texturate și netexturate) cablate	MICh—NII 7223—77
17.	Fire cord tehnice poliamidice tip R și C	MICh—NII 5033—77
18.	Fire cord tehnice poliamidice, dublate, cu torsiune asimetrică	MICh—NII 8234—79
19.	Fire cord poliamidice tip C de 650 den pentru plase pescărești	MICh—NII 7192—77
20.	Fire cord poliamidice multiplicate pentru otgoane	MICh—NII 10369—80
21.	Rețele cord din fire poliamidice pentru anvelope	STAS 8283/2—77
22.	Corzi din poliamidă 6 pentru perii	MICh—NII 3106—78
23.	Corzi din poliamidă 6 pentru pescuit	MICh—NII 2402—76
	II. Fibre poliamidice	
24.	Fibre PA tip lînă	STAS 7103—76
25.	Fire PA tip lînă trilobată	MICh—NII 10520—81
26.	Fibre PA tip lînă inferioare	CS 27—78
	III. Fibre poliacrilonitrilice	
27.	Fibre PAN tip L fixate, nevopsite	STAS 10664—76
28.	Fibre PAN tip L fixate colorate	MICh—NII 6989—81
29.	Fibre PAN tip L nefixate	STAS 10665—76
30.	Fibre PAN tip covor	MICh—NII 5331—73
31.	Fibre PAN tip L pentru blănuri sintetice	MICh—NII 7337—77
32.	Fibre PAN tip bumbac, 1,5 den	MICh—NTR 8819—80
33.	Fibre PAN inferioare	MICh—NII 7050—76
34.	Pale PAN, tip L, voluminoase, nevopsite	STAS 10660—78
35.	Pale PAN, tip L, voluminoase, vopsite în masă și în cablu	MICh—NII 6990—80
35bis	Fibre PAN tip bumbac	STAS 10663—78
36.	Pale PAN, tip L fixate, nevopsite	MICh—NII 6860—76
37.	Pale PAN tip L fixate, colorate	CS 58—81
38.	Pale PAN tip L nefixate	CS 68—81
	IV. Fire poliesterice	
39.	Fire filamentare PES, 76 dtex f 32 pentru țesături și tricotaje	STAS 9600/2—78
40.	Fire filamentare PES pentru ață de cusut	STAS 9923—76 și NII 6094—75
41.	Fire filamentare PES, etirate, 110 dtex	MICh—NII 5789—74
42.	Fire filamentare PES, textile, torsionate 50 dtex	MICh—NII 6859—77
43.	Fire PES textile	MICh—NII 4790—79

Scanned with OKEN Scanner

0	1	2
44.	Fire PES lucioase, răsucite, 140/48 dtex	MICh—NII 4991—72
45.	Fire PES textile, 76 dtex, *f* 32×4	MICh—NII 5451—74
46.	Fire PES filamentare, textile, torsionate, pentru țesături 76 dtex	MICh—NII 7854—78
47.	Fire PES textile pentru țesături, 100 dtex	MICh—NII 8420—80
48.	Fire PES torsionate pentru perdele, 110 dtex	MICh—NII 8178—79
49.	Sfori din deșeuri de fire filamentare PES	STAS 10480—76
50.	Fire din deșeuri de fire și fibre PES	MICh—NII 7321—80
51.	Fire filamentare PES 167 dtex *f* 32 texturate	STAS 10209—78
52.	Fire PES texturate, 110 dtex	MICh—NII 6438—75
53.	Fire PES texturate, 110 dtex, dublate S, Z	MICh—NII 7325—80
54.	Fire PES texturate, torsionate pentru țesături	MICh—NII 7553—78
55.	Fire PES texturate 48 dtex, dublate S, Z	MICh—NII 8176—79
56.	Fire filamentare PES, texturate, 167 dtex, dublate, albe	MICh—NII 8481—80
57.	Fire PES texturate, set, 167 dtex	MICh—NII 8535—80
58.	Fire filamentare PES, texturate, 150 dtex	MICh—NII 10382—81
59.	Fire PES texturate, grosiere	MICh—NII 5450—74
60.	Fire PES texturate tip DS (destinație specială)	MICh—NII 7464—78
61.	Fire filamentare PES, texturate	STAS 9600/1—73
	V. Fibre poliesterice și copoliesterice	
62.	Fibre poliesterice tip bumbac	STAS 8828—77
63.	Fibră PES tip bumbac cu contracție redusă	MICh—NII 7247—77
64.	Fibră PES tip bumbac cu secțiune profilată	MICh—NII 7248—77
65.	Fibră copoliesterică tip bumbac AP_2	MICh—NII 7853—78
66.	Fibră PES tip lînă (L)	STAS 8827—76
67.	Fibre PES tip L antipiling, nemodificată chimic	MICh—NII 5582—74
68.	Fibre PES tip L de 6,6 și 16,5 dtex	MICh—NII 6813—76
69.	Fibre PES tip L de 6,6 dtex kaki	MICh—NII 8448—80
70.	Fibre PES tip in — puf	MICh—NII 5160—76
71.	Fibre PES tip R 666	MICh—NII 8177—79
72.	Fibră copoliesterică, contractabilă	MICh—NII 5790—74
73.	Pale din fibre PES tip lînă (L)	STAS 8833—78
74.	Pale din fibre PES tip L cu secțiune profilată	MICh—NII 6709—76

Scanned with OKEN Scanner

0	1	2
75.	Pale din fibre PES pentru industria inului și cînepii	MICh—NII 8295—79
76.	Capete de pale PES	MICh—NII 5161—73
77.	Cablu termofixat din fibre PES tip L	MICh—NII 6093—75
	VI. Fibre polipropilenice	
78.	Fibre polipropilenice tip L (lînă)	MICh—NII 5221—73
79.	Pale din fibre poliprofilenice	MICh—NII 5803—74
80.	Fibre polipropilenice modificate cu copoliester pentru industria inului	MICh—NII 10383—81
	VII. Celofibră	
81.	Celofibră tip bumbac	STAS 10699—77
82.	Celofibră tip lînă (L)	STAS 9050—76
83.	Celofibră tip D	NII 93—76
	VIII. Fire viscoză	
84.	Fire din viscoză nedesulfurate, nealbite, torsionate de uz general	STAS 163—76
85.	Fire viscoză tip sfoară	MICh—NII 3039—65
86.	Monofil din viscoză	MICh—NII 3038—64
87.	Fir din viscoză tip păr de cal	MICh—NII 2345—62
88.	Fire tehnice din viscoză	MICh—NII 3910—72
89.	Cabluri tehnice din viscoză	NII 64—75
90.	Fire tehnice din viscoză, sortimente speciale	NII 65—75
91.	Deșeuri din fire viscoză	MICh—NII 2403—62
92.	Rețele cord din fire de viscoză	STAS 8283/3—73
93.	Rețele cord din fire de viscoză sortimente speciale	NII 92—76

MICh — NII = normă internă de întreprindere ;
MICh — NID = normă internă departamentală ;
STAS = standard de stat ;
CS — caiet selectiv.

Scanned with OKEN Scanner

PARTEA A DOUA

Fibre artificiale

Capitolul V

FIBRE CELULOZICE

A. MATERII PRIME ŞI AUXILIARE PENTRU FIBRE CELULOZICE

1. CELULOZA

Celuloza este materia primă cea mai răspîndită pentru fabricarea celor mai multe tipuri de fibre artificiale, reprezentînd baza de fabricaţie pentru 98% din toată producţia acestor fibre.

Calitatea celulozei, ca materie primă pentru fibre artificiale, este esenţială în această fabricaţie, întrucît condiţionează atît procesul tehnologic, cît şi proprietăţile produsului finit.

Celuloza este componentul principal al plantelor, unde este însoţită de o serie de alţi constituenţi în proporţie mai mică.

Cunoaşterea intimă a structurii şi proprietăţilor celulozei ca substanţă macromoleculară liniară a trecut prin mai multe etape.

Proprietăţile mai importante ale compuşilor macromoleculari liniari sînt asemănătoare celulozei şi derivaţilor ei.

Deosebirile mari pe care le prezintă proprietăţile diferitelor preparate de celuloză îşi găsesc explicaţia în puritatea diferită şi diferenţele valorice ale gradului de polimerizare.

Pentru fibre artificiale, sursa de materie primă principală în prezent este lemnul şi stuful, iar în perioadele precedente a fost numai lemnul.

Procesul de fabricare a celulozei din lemn duce la modificarea gradului de polimerizare faţă de starea iniţială, întrucît la fabricarea fibrelor va intra în procesul tehnologic, în toate cazurile, o celuloză modificată din acest punct de vedere.

Scanned with OKEN Scanner

În fazele de fabricare a celulozei din lemn, macromolecula de celuloză este atacată inițial în procesul chimic de separare a celulozei, la tratarea lemnului și ulterior în procesul de albire, care are o importanță deosebită pentru păstrarea caracteristicilor fibrei de celuloză.

În consecință, pentru obținerea în final a unei fibre cu proprietăți bune este foarte important să se pornească de la o celuloză cu un grad de polimerizare convenabil, întrucît apar degradări ale celulozei și în procesul chimic de fabricare a fibrelor artificiale.

În procesul clasic de obținere a fibrelor artificiale, celuloza suportă o reducere a gradului de polimerizare (mai mult de 50%).

Celuloza se găsește în lemn, amestecată intim cu celelalte substanțe componente, care se numesc, în general, *incruste* sau *incrustanți*, de unde separarea celulozei se numește *dezincrustare*. Cu cît materia primă pentru obținerea celulozei conține o proporție mai mare de incrustanți, cu atît procedeul de obținere a celulozei de puritate suficientă pentru fabricarea fibrelor este mai energic.

Pentru calitatea celulozei care urmează să fie întrebuințată la obținerea fibrelor artificiale este deosebit de important ca procentul impurităților reziduale să fie minim.

Dintre toate sursele de celuloze, cea mai mare concentrație în celuloză o are bumbacul, iar cea mai mică paiele.

Obișnuit se lucrează cu celuloză de lemn de conifere și de fag.

În țara noastră s-a folosit pentru fibre artificiale celuloza KS din lemn de molid produsă de fabrica Zărnești. În prezent se lucrează cu celoloză de fag și molid, din import, pentru fire și supercord și celuloză indigenă din fag pentru fibre scurte.

Compoziția și structura plantelor este funcție de procesul de maturitate. Calitatea celulozei obținute este dependentă de vîrsta lemnului și de starea lui de condiționare.

Repartizarea incrustanților în lemn este diferită, în funcție de vîrsta și de părțile arborelui. Toate aceste considerente stau la baza criteriilor de selecționare și de pregătire a lemnului pentru fabricarea celulozei destinată fibrelor artificiale (celuloză-hidrat).

Celuloza-hidrat se poate obține prin :

— dizolvarea și reprecipitarea celulozei;

— tratarea cu alcalii concentrate și descompunerea ulterioară a alcalilor celulozei formate ;

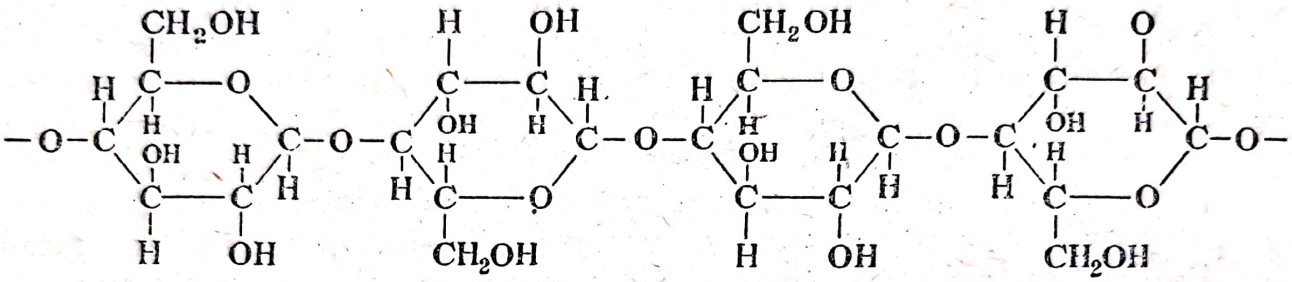
— esterificarea și saponificarea ulterioară a esterilor de celuloză ;

— prin operații mecanice, ca : desfibrarea și măcinarea fibrelor de celuloză.

Scanned with OKEN Scanner

Modificările celulozei sub formă de celuloză-hidrat duc la proprietăţi deosebite de reactivitate, absorbţire, higroscopicitate, fixarea coloranţilor, solubilitate, proprietăţi care au influenţă în fazele de fabricaţie pentru obţinerea fibrelor artificiale.

Proprietăţile generale de bază ale celulozei. Compoziţia *chimică.* Numeroasele cercetări efectuate asupra celulozei au demonstrat că este un polimer al glucozei ($C_6H_{10}O_5$). Formula structurală a celulozei este :



Solubilitatea. Celuloza este insolubilă în dizolvanţii cunoscuţi. Cel mai bun dizolvant pentru celuloză este reactivul Schweitzer, obţinut prin dizolvarea hidroxidului cupric în amoniac concentrat, formînd hidroxidul de cupru tetraamoniacal.

Reacţii de hidroliză. Celuloza este hidrolizată parţial sau total prin tratare cu acizi. Produsele obţinute prin hidroliza parţială sînt numite *hidroceluloze.*

Celulozele cu grad de polimerizare sub 100 nu mai pot forma fibre, avînd caracter hemicoloid, de unde şi numele folosit frecvent în fabricaţia fibrelor — *hemiceluloze.*

Reacţia de oxidare. Prin tratare cu agenţi de oxidare, celuloza reacţionează parţial sau total formînd carboxiceluloze care conţin grupe COOH. Procesul de oxidare este însoţit de o scădere a gradului de polimerizare. Aceste reacţii au loc în timpul procesului de albire a celulozei şi a fibrelor textile celulozice sub acţiunea hipocloritului de sodiu, a cloritului de sodiu şi a altor oxidanţi şi chiar sub acţiunea oxigenului din aer, în fazele de transformări chimice ale celulozei în procesul tehnologic.

Reacţii de esterificare. Celuloza poate să formeze esteri şi eteri, combinaţii foarte utile în tehnică. Cei mai cunoscuţi sînt : nitratul şi acetatul de celuloză, care pot fi de mai multe tipuri, după cum sînt esterificaţi unul, doi sau toţi trei hidroxilii existenţi. Reacţia care are loc este de tipul esterificării alcoolacid şi se poate realiza atît cu acizi organici cît şi cu acizi minerali.

Esterii de celuloză prezintă proprietăţi deosebite faţă de celuloza-hidrat şi sînt folosiţi ca materie primă pentru obţinerea fibre-

Scanned with OKEN Scanner

lor acetat, la care se aplică un proces de filare apropiat de filarea polimerilor sintetici pe cale uscată.

Procedee industriale de fabricare a celulozei pentru fibre artificiale. Metodele de separare a celulozei din lemn se bazează pe tratarea lemnului cu diferite substanțe chimice, care pot acționa asupra ligninei prin dizolvare, distrugînd legăturile existente în structura lemnului între celuloză și lignină. Pentru dizolvarea ligninei și a celorlalți încrustanți care se găsesc în lemn, sînt cunoscute pentru aplicarea practică următoarele procedee :

— metoda sulfit constă în tratarea lemnului cu soluții diluate de bisulfit de calciu sau magneziu care conțin bioxid de sulf liber, la temperatura de 130—150° ;

— metoda natron constă în tratarea lemnului cu soluție de hidroxid de sodiu care dizolvă lignina la temperatura de 150—180°C ;

— metoda sulfat este o variantă a metodei precedente prin care se tratează lemnul cu soluții de hidroxid de sodiu și sulfit de sodiu ;

— metoda cu acid azotic constă în tratarea lemnului cu acid azotic 3—4%, la 70—90°C.

Aceste procedee sînt aplicate în diferite variante tehnologice, cu unele faze îmbunătățite pentru eliminarea preliminară a unor impurități mai ușor hidrolizabile sau spălarea celulozei finite cu solutii de alcooli pentru îndepărtarea maximă a hemicelulozelor solubile (înnobilare).

La extragerea celulozei din lemn, indiferent de procedeul folosit, se aplică următoarele operații principale :

— pregătirea lemnului, constînd din operațiile de sortare, decojire, așchiere, mărunțire ;

— fierberea lemnului, spălarea celulozei după fierbere, albirea celulozei, spălarea după albire, transformarea în coli.

Cea mai răspîndită metodă pentru fabricarea celulozei destinate obținerii fibrelor artificiale este metoda sulfit, completată cu procedee de înnobilare.

Prin *înnobilarea* celulozei se înțelege tratamentul suplimentar aplicat unor celuloze speciale pentru fibre artificiale, în scopul obținerii unui grad ridicat de α-celuloză.

Condițiile de calitate pentru celuloza destinată fabricării firelor și fibrelor artificiale. În general, toate criteriile pentru calitatea celulozei, impuse pînă astăzi, s-au dovedit necesare dar nu suficiente. De aceea, se fac permanent completări cu diferite încercări suplimentare, care să exprime mai real o serie de fenomene din fabricație.

Scanned with OKEN Scanner

Din această cauză, una dintre cele mai importante condiţii pentru o bună fabricaţie este păstrarea cît mai constantă a caracteristicilor esenţiale. Omogenizarea cît mai bine realizată a celulozei trebuie să fie prima grijă pentru cei interesaţi, chiar dacă aparent diferenţele între loturi nu sînt puse în evidenţă prin valorile curente.

Condiţiile care se impun celulozelor pentru industria fibrelor artificiale (tabelele 14 şi 15) depind de procesul tehnologic aplicat ulterior (viscoză, cupro, acetat), iar pentru aceeaşi fabricaţie depind de sortimentele pentru care este destinat (cord, celofibră, fire continui).

Tabelul 14

Condiţiile de calitate pentru celuloza din fag indigen

Caracteristici	Celuloză	
	Tip I	Tip II
Conţinutul în α-celuloză	92,5	92
Viscozitatea, mP	140—170	140—170
Solubilitatea în NaOH 5%, %	4,0	4,5
Cenuşă, %	0,13	0,13
SiO_2, %	0,04	0,04
Fier, mg/100 g	3,3	3.5
Gradul de alb, cu leucometru şi filtru albastru, min.	83	80
Umiditatea pentru coli, %	6—12	6—12
Masă pentru coli	—	550±50
Gradul de impurificare exprimat prin numărul de impurităţi colorate de la 0,5 la 3 mm/500 g	150	200

Tabelul 15

Caracteristicile unor celuloze de fag din import

Caracteristici	Celuloza de fag W. Heinzel	Celuloza de fag (franceză) SICA	Celuloza de fag Buckeye
α-Celuloza, %	90,0	93,0	94,0
β-Celuloză, %	4,6	4,9	3,2
γ-Celuloză, %	5,4	1,9	2,6
Extract cu diclormetan (răşini), %	0,38	0,39	0,4
Cenuşă, %	0,05	0,03	0,05
Fier, mg/100 g	0,4	—	0,2
SiO_2, p.p.m.	110	100	50
CaO, p.p.m.	105	100	24
Gradul de polimerizare	710	690—730	700
Gradul de alb, %	93	93	93
Solubile în NaOH 5%, la 20°C, %	4,7	4	3

Scanned with OKEN Scanner

Colile de celuloză trebuie să aibă structură omogenă, fără aglomerări de fibre și marginile drepte.

Pentru obținerea firelor supercord este necesar ca celuloza să aibă proprietăți superioare celei destinate fibrelor scurte și firelor obișnuite, și în special se impune un grad de polimerizare și un conținut în celuloză mai mari. Celuloza indicată pentru acest tip de fibre este celuloza bisulfitică din molid de origină suedeză. Consumul de celuloză este de 1,05—1,1 kg/kg.

Pentru dezvoltările de fibre artificiale, pînă în anul 1985 sînt prevăzute în țară fabrici speciale de celuloză chimică din fag pentru celofibră și din rășinoase prin procedeul sulfit pentru fire textile.

2. HIDROXIDUL DE SODIU

Hidroxidul de sodiu NaOH (sodă caustică) este utilizat în faza de obținere a alcali-celulozei și ca dizolvant al xantogenatului la prepararea soluțiilor de viscoză pentru filare. Consumul de hidroxid de sodiu în fabricație, cu regenerarea leșiilor, ajunge la 0,86 kg/kg fir.

Hidroxidul de sodiu de calitate superioară se obține pe cale electrolitică, din clorură de sodiu, prin procedeul cu catod de mercur.

Hidroxidul de sodiu se transportă sub formă solidă în butoaie de oțel (400 kg) sau sub formă de soluție (leșie de concentrație 500 g/l).

La noi în țară s-a folosit pînă în anul 1960 hidroxid de sodiu solid, dizolvarea fiind făcută la fabricile de viscoză, iar din anul 1961 se utilizează hidroxid de sodiu-leșie obținut prin același procedeu, fiind mai economic.

Se utilizează numai hidroxid de sodiu de calitate superioară care prezintă condițiile tehnice din tabelul 16.

Impuritățile de hidroxidul de sodiu influențează fabricația în unele puncte principale și trebuie bine verificate întrucît pot produce greutăți mari în preparația chimică și în filatură. Cea mai periculoasă impuritate este clorura de sodiu, care, peste anumită limită, împiedică absorbția uniformă a leșiei de mercerizare în celuloză, acționează ca electrolit în soluția de viscoză, producînd accelerarea maturației, structurarea soluției formînd geluri. Compușii de fier accelerează prematurația alcali-celulozei și scade filtrabilitatea soluției de filare. Carbonatul de sodiu ca electrolit acționează nefavorabil la mercerizarea și xantogenarea alcali-celulozei și, peste anumită limită, modifică viteza de maturație a soluției de filare.

Scanned with OKEN Scanner

Condiţii de calitate pentru hidroxidul de sodiu

Tabelul 16

Caracteristici	Tipul	
	E1	E2
NsOH, % min	36,0	48,0
Na_2CO_3, % max	0,45	0,28
NaCl, % max	0,15	0,09
Fe_2O_3, % max	0,002	0,002
$Na_2 SO_4$, % max	0,05	0,02
Calciu şi magneziu (exprimaţi în calciu) % max	0,005	0,005
Sesquioxizi (R_2O_3) % max	0,03	0,025

Pentru preîntîmpinarea dificultăţilor tehnologice, datorită impurităţilor din hidroxidul de sodiu, se impune un control de laborator permanent şi o bună recepţie.

Metodele de analiză aplicate sînt simple, folosindu-se pentru determinarea concentraţiei în hidroxid de sodiu şi carbonat de sodiu, titrare cu acid clorhidric în prezenţă de indicatori (fenolftaleină şi metiloranj).

Clorura de sodiu se determină prin metoda argentometrică pentru determinarea clorului. În cazul folosirii hidroxidului de sodiu solid, este amenajată o staţie specială pentru dizolvarea şi prepararea leşiei concentrate. Măsurile de protecţie şi de manipulare a hidroxidului de sodiu sînt date în cap. XIV.

3. SULFURA DE CARBON

Sulfura de carbon CS_2 este utilizată ca material auxiliar de mare importanţă în fabricile de viscoză, la prepararea xantogenatului de celuloză. Consumul specific este de 0,35 kg/kg fir pentru procedeele care nu prevăd recuperarea sulfurii de carfon şi cu circa 30% mai redus în cazul unităţilor care prevăd recuperarea. Sulfura de carbon este un lichid incolor, mai greu decît apa, cu miros specific, cu densitatea 1,265 g/cm^3 la 20°C, uşor volatil, inflamabil, toxic şi exploziv.

Fabricile de viscoză sînt prevăzute cu secţii pentru producerea sulfurii de carbon, întrucît sînt principalii consumatori ai acestui produs.

Fabricarea sulfurii de carbon. Pentru sinteza sulfurii de carbon materiile prime sînt sulful şi carbonul (cărbune de lemn).

Scanned with OKEN Scanner

Sulful utilizat la fabricarea sulfurii de carbon trebuie să fie de calitate superioară în ceea ce privește cantitatea de gudroane, arsen și substanțe minerale. De remarcat că prezența arsenului în sulf, la această sinteză, are o influență negativă asupra reacției principale, prin blocarea suprafeței cărbunelui de lemn cu depuneri de arsen elementar și formarea de sulfuri de arsen care distilă împreună cu sulfura de carbon și se depune pe tubulatura de legătură, producînd cruste și obturări. Conținutul maxim în arsen, admis, este de 0,001%.

Condițiile de calitate ale sulfului și alte proprietăți sînt descrise la cap. VI, întrucît aceeași calitate este folosită și la fabricarea fibrelor sintetice poliamidice.

În prezent în țara noastră se folosește în cea mai mare parte sulful recuperat de la prepararea cărbunelui la Combinatul coxochimic Hunedoara.

Cărbunele de lemn este sursa de carbon pentru sinteza sulfurii de carbon, folosindu-se mangal de bocșă.

Se mai poate folosi ca sursă de carbon și cocsul.

Fabricarea sulfurii de carbon are loc în două faze principale :

— sinteza sulfurii de carbon brute ;
— distilarea și purificarea sulfurii de carbon.

Sulfura de carbon se poate obține direct din elemente, prin mai multe procedee :

— procedeul din mangal și sulf prin tehnologia clasică (Zahn) ;
— procedeul din mangal și sulf în strat fluidizat ;
— procedeul din mangal și sulf cu bile încălzite ;
— procedeul din mangal și sulf pe cale electrotermică ;
— procedeul din hidrocarburi saturate (metan etc.) sau nesaturate și sulf.

În principiu, conform *procedeului clasic*, sulfura de carbon brută se obține în retorte de oțel de formă specială, prin trecerea vaporilor de sulf la temperatura de 900°C peste cărbune (mangal) în stare incandescentă, în absența aerului.

Reacția principală de obținere a sulfurii de carbon este însoțită de alte reacții secundare, care duc la formarea de hidrogen sulfurat, oxisulfură de carbon, bioxid de sulf, vapori de sulf nereacționați, oxid și bioxid de carbon.

Retortele se încălzesc la exterior cu ajutorul injectoarelor cu combustibil lichid sau gazos. Ele sînt înzidite în cuptoare speciale, căptușite cu cărămidă refractară.

Încălzirea retortelor la pornire și răcirea la oprire se efectuează treptat, după o tehnică specială, pentru evitarea fisurilor în materialul de zidărie.

Scanned with OKEN Scanner

Pătrunderea oxigenului degradează retortele, reducînd durata lor de funcţionare. Durata de funcţionare a unei retorte este de 6—12 luni, în funcţie de calitatea oţelurilor, calitatea confecţionării, punerea în funcţiune, calitatea materiilor prime şi păstrarea parametrilor în timpul funcţionării. Dimensiunile retortelor sînt variabile şi pot produce după capacitate între 0,5 şi 5 t CS_2/zi.

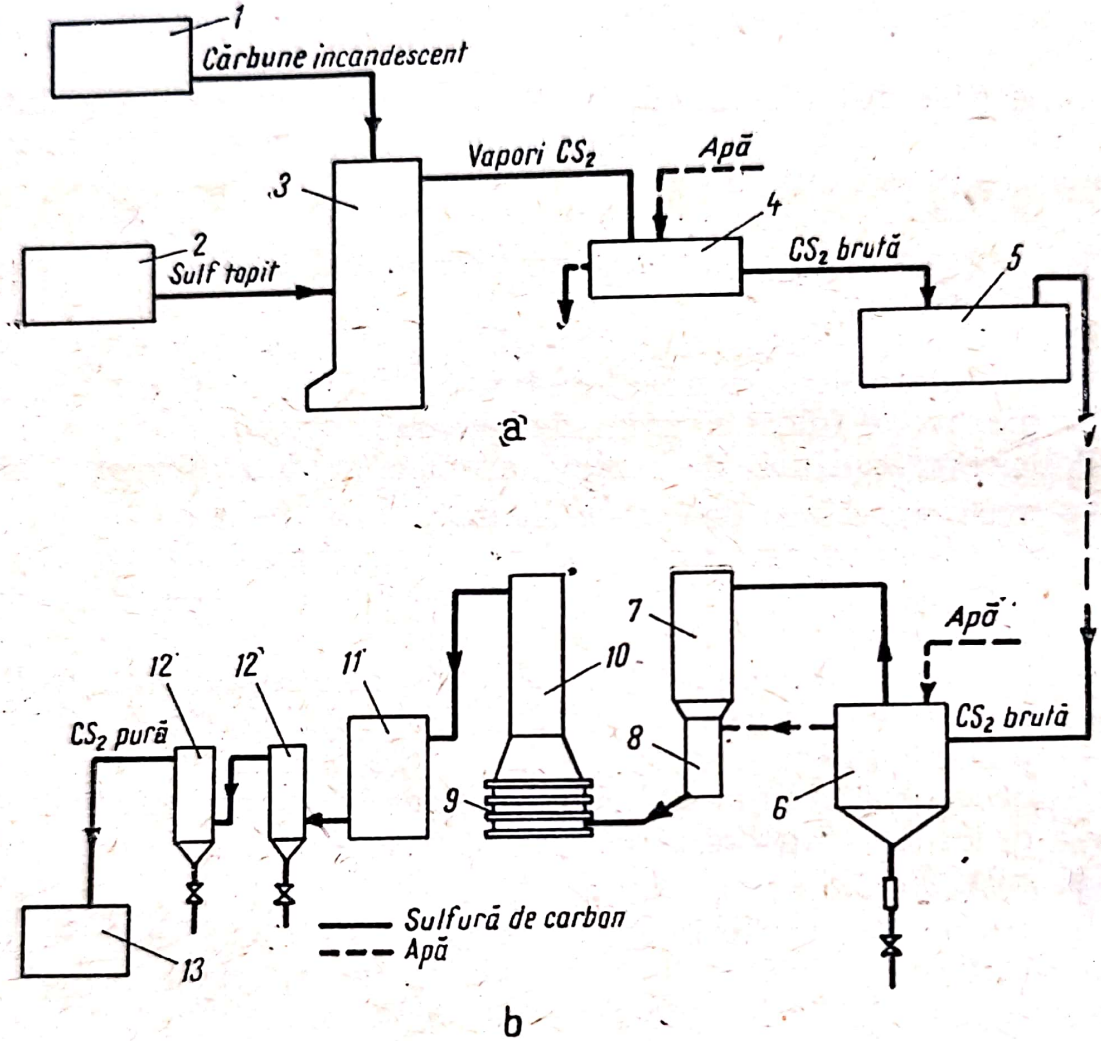


Fig. 18. Schema fabricării sulfurii de carbon :

a — sinteza sulfurii de carbon ; *b* — purificarea sulfurii de carbon ; *1* — instalaţia de calcinare a cărbunelui ; *2* — instalaţia pentru topirea sulfului ; *3* — retortă ; *4, 7, 10* — condensatoare ; *5* — rezervor intermediar de sulfură brută ; *6* — blaz de distilare ; *8* — separator de apă ; *9* — blaz de rectificare ; *11* — răcitor ; *12* — spălătoare cu baie de sodă caustică ; *13* — depozit pentru sulfură de carbon distilat.

Schema procesului clasic de obţinere a sulfurii de carbon este dată în fig. 18.

Cărbunele uscat şi preîncălzit la incandescenţă se încarcă din calcinator în retortă la intervale de 6—8 h, pentru a menţine retortele pline, pe măsură ce se consumă. Sulful este topit separat şi este trimis prin cădere liberă, asigurînd un debit orar constant.

Scanned with OKEN Scanner

Sulfura de carbon formată în retortă, însoțită de produse secundare sub formă de vapori, este evacuată la partea superioară a retortei printr-un tub larg și condusă la condensare sub apă rece cu debit mare. Din condensator, sulfura de carbon brută este trimisă într-un rezervor intermediar.

Operația de purificare a sulfurii de carbon are loc într-o instalație separată de distilare.

Sulfura brută intră în blazul de distilare (fig. 18, *b*), unde prin încălzire cu apă la 80°C, vaporii de sulfură de carbon distilă, iar celelalte impurități, în special sulful dizolvat, decantează la bază de unde se evacuează la anumite intervale.

Vaporii de sulfură de carbon distilați trec, prin intermediul unui condensator, în blazul de rectificare, unde se face separarea de hidrogenul sulfurat ; produsul pur se condensează și se răcește, iar în final trece prin două spălătoare cu hidroxid de sodiu, pentru reținerea urmelor de hidrogen sulfurat. După spălarea alcalină, sulfura pură este trimisă în depozitul de produs distilat.

Pentru recuperarea cantităților de sulfură de carbon din hidrogenul sulfurat, reprezentînd circa 8—10% în gaze, se face o spălare a acestora prin turnuri cu ulei, în contracurent, care dizolvă sulfura de carbon și în final prin încălzirea uleiului distilă și se condensează sulfura recuperată, fiind dirijată în rezervorul de sulfură de carbon brută.

Gazele necondensabile rezultate de la recuperarea sulfurii de carbon, conținînd 75—90% H_2S, 4—5% SO_2, 4% CO_2, 2% COS, 2% CO se recuperează prin intermediul unui gazometru, fie sub formă de sulf elementar într-o sobă specială de oxidare, fie sub formă de sulfhidrat prin barbotare în soluție de hidroxid de sodiu sau sînt arse fără recuperare, ceea ce este neeconomic.

Procedeul electrotermic de obținere a sulfurii de carbon este deosebit de interesant, folosit în prezent în mai multe țări și aplicat cu rezultate bune la Combinatul de fire artificiale Brăila.

Sinteza sulfurii de carbon după acest procedeu se aseamănă cu procedeul clasic, deosebindu-se de acesta prin modul de realizare a încălzirii retortelor și prin specificul lor constructiv.

Principiul acestui procedeu constă în încălzirea prin rezistență electrică, curentul electric fiind transmis direct cărbunelui, care intră în reacție cu sulful prin electrozi de o construcție specială.

Conform acestui procedeu, sulful se transportă pe bandă cu role la gropile de topire și decantare, de unde, prin dozare cu pompe, se alimentează în retorte, intrînd în reacție cu cărbunele incandescent.

Scanned with OKEN Scanner

Mangalul folosit trebuie să aibă o granulaţie de 15—60 mm. El este desprăfuit în prealabil cu site vibratoare şi adus la incandescenţă.

Intrarea sulfului în retortă are loc prin şase puncte diferite. Condensarea gazelor rezultate din reacţie, conţinînd sulfură de carbon şi produse secundare, se realizează la fel ca şi în procedeul clasic, în condensatoare sub apă cu temperatura maximă de 15°C.

Sulful în exces care însoţeşte sulfura de carbon este reţinut într-un separator şi recuperat.

Gazele necondensate sînt trecute printr-un condensator de temperatură joasă pentru recuperarea sulfurii de carbon antrenate, iar restul de sulfură de carbon rămasă în gaze se recuperează prin absorbţie în ulei, în mod obişnuit.

De asemenea, purificarea sulfurii de carbon brute se realizează prin distilare într-o instalaţie continuă, fără deosebiri esenţiale faţă de procedeul clasic.

Avantajele procedeului electrotermic sînt :

— piesele retortelor electrice nu suferă uzură ;

— mantaua retortei nu trebuie să fie confecţionată din oţel special şi nu trebuie să fie înlocuită, întrucît retortele sînt căptuşite cu cărămidă refractară, a cărei uzură este redusă şi la anumite perioade poate fi reparată ;

— pentru curăţirea cuptorului de cenuşă, după o producţie de circa trei luni, este suficientă o întrerupere de cîteva zile ;

— cheltuielile de întreţinere sînt foarte reduse, la anumite intervale fiind necesară înlocuirea electrozilor ;

— manipulările sînt mult mai puţine şi condiţiile de lucru mai bune decît la sistemul clasic ;

— producţia unui astfel de cuptor cu funcţionare electrotermică este de 5 t/zi CS_2 ;

— pentru sistemul de încălzire sînt necesare transformatoare reglabile pentru fiecare retortă şi transformatoare de înaltă tensiune, cîte unul pentru un grup de trei retorte ;

— producţia poate fi reglată după necesităţi şi chiar oprită fără pericol pentru acest tip de cuptoare.

Condiţiile de calitate pentru sulfura de carbon sînt date în tabelul 17.

Transportul sulfurii de carbon în instalaţie se face sub presiune de apă. Sulfura de carbon se depozitează în rezervoare păstrate sub apă şi protejate cu strat de apă şi în rezervor.

Fabricarea sulfurii de carbon din gaz metan. Dezvoltarea producţiei de fibre artificiale în R.S.R. se bazează pe cea mai modernă tehnologie de fabricare a sulfurii de carbon, care foloseşte ca ma-

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 17

Condiţiile de calitate pentru sulfura de carbon tehnică (conform NTR 5267—73)

Caracteristici	Tip R (rectificare)
Aspectul	Lichid, limpede, incolor
Densitatea relativă la 20°C	1,263...1,266
Aciditatea	Lipsă
Distilă între 46 şi 47°C, la 760 mm Hg. % vol. min.	98,3
H_2S	Lipsă
Reziduu de evaporare, % max.	0,02
Arsen, % max.	0,0001

terie primă gazul metan şi sulful. Treptat tehnologiile depăşite vor fi abandonate.

Reacţia de formare a sulfurii de carbon din gaz metan şi vapori de sulf este următoarea :

$$CH_4 + 4\ S\ (vapori) = CS_2 + 2\ H_2S$$

şi are loc la 650—700°C, în prezenţa unor catalizatori din amestec de oxizi. Randamentul de formare a sulfurii de carbon este 90—92%, reacţia fiind însoţită de produse secundare de tip mercaptani, polisulfuri etc..

Pentru că în această reacţie se formează circa 50% hidrogen sulfurat, procesul este completat obligatoriu cu o fază de ardere cu aer a acestuia la sulf, după procedeul cunoscut (Claus), care îl transformă cu randamente de 96% în sulf şi care se realimentează în circuit la sinteză.

Arderea H_2S se face la 350°C, după reacţia :

$$2\ H_2S + O_2 = S_2 + H_2O$$

pe catalizator bauxită.

Sulful alimentat lichid se trimite într-un evaporator în care se transformă în vapori şi se amestecă cu metanul. Amestecul de reacţie este trecut în reactor, după care produsul de reacţie este răcit în treapta I-îi pentru separarea sulfului nereacţionat, după care sulfura de carbon este absorbită în motorină şi ulterior desorbită în altă coloană, de unde se separă prin răcire şi se obţine sulfura de carbon brută care se purifică prin distilare.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru realizarea unei instalaţii de capacitate necesară pentru cazul nostru, a trebuit să se găsească soluţii pentru două probleme deosebit de dificile : coroziunea şi automatizarea.

Procedeul este economic la o capacitate de peste 100 t/zi şi este aplicat pentru prima dată în ţara noastră de C.F.A. — Brăila, în producţie din 1982.

Proprietăţile şi condiţiile de manipulare ale sulfurii de carbon ca substanţă toxică şi explozivă sînt descrise în cap. XIV.

4. ACIDUL SULFURIC MONOHIDRAT

Acidul sulfuric monohidrat este folosit pentru prepararea băii de filare. Nu se foloseşte decît acid sulfuric monohidrat fabricat prin procedeul de contact, fiind mai bun din punct de vedere calitativ. Este transportat în cisterne de oţel şi depozitat în rezervoare, la un volum care să asigure consumul.

Caracteristicile acidului sulfuric de contact sînt prezentate în tabelul 18, iar proprietăţile şi condiţiile de manipulare a acidului sulfuric sînt descrise la cap. XIV.

Tabelul 18

Caracteristicile acidului sulfuric de contact (conform STAS 97—1980)

Caracteristicile	TIP 98	TIP 96
Aspectul	Lichid uleios, limpede sau opalescent	
H_2SO_4 monohidrat, % minim.	98	96
SO_2, % max.	0,10	0,10
Fier, % max.	0,01	0,01
Reziduuri la calcinare, %	0,10	0,15
Arsen, % max.	0,001	0,001
Oxizi de azot	Lipsă	Lipsă

5. APA DE FABRICAŢIE

Calitatea apei de fabricaţie este de mare importanţă, dat fiind sensibilitatea acestor produse şi consumul ridicat necesar (1 m^3/1 kg fir).

Scanned with OKEN Scanner

Apele naturale conţin săruri dizolvate în măsură mai mică sau mai mare care formează *duritatea* acestora.

Nu este posibilă utilizarea apelor cu duritate mare, respectiv cu conţinut mare de săruri (carbonat, bicarbonat, sulfat etc.), fiind necesară purificarea prealabilă a apei pentru reducerea durităţii totale la o valoare mică (0,1—0,2 grade germane).

Procedeul cel mai modern şi cel mai eficace de eliminare a sărurilor din apă este *procedeul de demineralizare cu schimbători de ioni.*

Apa este trecută succesiv, cu un debit determinat, prin filtre conţinînd o masă cationică care reţine metalele din săruri şi ulterior prin filtrul anionic care reţine acizii corespunzători sărurilor respective.

În acest fel se obţine apă cu duritate mică şi dacă se îndepărtează total bioxidul de carbon gazos, rezultat din carbonat, se poate realiza un pH neutru.

La fabrica Viscoza Lupeni, sursa de apă avînd duritate redusă (între 1,2 şi 1,4 grade germane) se foloseşte ca atare, aplicîndu-se numai decantarea şi filtrarea impurităţilor.

În unităţile noi se foloseşte exclusiv procedeul cu schimbători de ioni, fiind cel mai avantajos.

B. FABRICAREA FIBRELOR CELULOZICE

Industria fibrelor artificiale pe bază de celuloză prezintă o dezvoltare foarte mare, odată cu ridicarea calităţii lor la nivelul fibrelor celulozice naturale.

Fibrele celulozice sînt cele mai valoroase fibre chimice obţinute din polimeri naturali.

Au fost cunoscute industrial patru procedee de obţinere a fibrelor celulozice şi anume : *procedeul nitroceluloză, viscoză, cupru-amoniacal* şi *acetat.*

Dintre toate procedeele de obţinere a fibrelor chimice din polimeri naturali, procedeul viscoză s-a extins cel mai mult, datorită economicităţii şi valorii de utilizare a produselor.

În principiu, procedeul viscoză se caracterizează prin transformarea chimică a celulozei în xantogenat de celuloză (un ester al celulozei cu sulfură de carbon) care, fiind un compus solubil în apă şi alcalii, permite obţinerea de soluţii filabile, iar prin coagulare şi descopunere în băi acide se transformă în fire şi fibre de celuloză regenerată. Pentru a se ajunge la stadiu de fibre după acest procedeu, se trece prin trei etape principale :

Scanned with OKEN Scanner

— prepararea chimică, care cuprinde toate fazele de transformare a celulozei în soluţie de filare ;

— filarea diferitelor sortimente ;

— operaţiile textile, inclusiv finisarea, cuprinzînd de asemenea mai multe faze, în funcţie de sortimentele produse.

De-a lungul fabricaţiei fibrelor tip viscoză s-au adus numeroase îmbunătăţiri tehnologice în scopul de a simplifica unele faze prin transformarea în procese continue pentru economicitate sau pentru calitatea produselor, care se referă în special la prepararea chimică. Din acest punct de vedere se deosebesc : *procedeul clasic* cu operaţii discontinue şi *procedeele moderne continue* simplificate, care au la bază procedeul clasic.

Procedeele moderne prezintă avantajul de a avea un grad ridicat de automatizare, cu o productivitate mărită, la un volum de utilaje şi număr de faze mai redus.

În ţara noastră, procedeul clasic este aplicat la două unităţi vechi unde se produc fire continue pentru utilizarea în ţesături şi tricotaje, iar procedeul modern în mai multe variante este aplicat pentru obţinerea fibrelor scurte (celofibră tip bumbac şi lînă), fibre cu proprietăţi speciale şi a supercordului pentru anvelope şi firelor tip mătase.

1. PREPARAŢIA CHIMICĂ

Preparaţia chimică, numită şi *prepararea viscozei,* cuprinde, pînă la obţinerea soluţiei de viscoză pentru filare, următoarele faze tehnologice :

— pregătirea celulozei pentru introducerea în fabricaţie ;

— fabricarea alcali-celulozei sau operaţia de mercerizare a celulozei ;

— desfibrarea şi prematurarea alcali-celulozei ;

— xantogenarea alcali-celulozei sau obţinerea xantogenatului de celuloză ;

— dizolvarea xantogenatului de celuloză ;

— pregătirea soluţiilor de viscoză pentru filare. maturare, filtrare şi dezaerare) ;

— operaţii auxiliare pentru asigurarea fazelor în prepararea chimică : matisarea, prepararea, regenerarea şi recuperarea soluţiilor de hidroxid de sodiu.

Pregătirea celulozei. Celuloza se introduce în fabricaţie sub formă de foi la dimensiuni convenabile, de obicei 600/800 mm. Pentru a putea fi introdusă în fabricaţie, celuloza trebuie să îndeplinească o serie de condiţii fizice şi chimice după cum s-a menţionat.

Scanned with OKEN Scanner

Aceste condiţii sînt necesare, dar încă insuficiente pentru a asigura buna desfăşurare a procesului de producţie. În afară de unele condiţii speciale pentru anumite procese de preparare a viscozei şi de condiţiile tehnice generale de calitate s-au impus celulozei pentru fibre artificiale (KS) o serie de operaţii preliminare care să asigure omogenitatea alcali-celulozei rezultate. Cele mai frecvente operaţii de pregătire a celulozei sînt :

— omogenizarea celulozei ;

— condiţionarea celulozei

Omogenizarea celulozei se realizează în scopul obţinerii unui produs cu caracteristici apropiate pe o perioadă mai lungă de fabricaţie. Pentru omogenizare se amestecă un număr mai mare de baloturi din mai multe loturi de celuloză.

În ţara noastră, la începutul fabricării fibrelor artificiale, această operaţie se executa manual, prin aşezarea în rînd a balo turilor şi extragerea consecutivă a foilor, formînd pachete egale. Pentru mecanizarea operaţiei şi uşurarea muncii, s-a realizat o masă turnată cu diametrul de circa 6 m, avînd o deplasare constantă pe şine, pe care se aşază 10—15 baloturi selecţionate pentru amestecare. Prin rotirea plăcii, baloturile sînt trecute pe rînd prin faţa operatorului care ridică 1—2 foi din fiecare, formînd pachete pe care le aşază alternativ pe platforme.

La alegerea baloturilor pentru omogenizare se ţine seama de caracteristicile analitice pentru fiecare şarjă în parte.

Omogenizarea celulozei la Combinatul de fibre artificiale Brăila se realizează mecanizat, cu ajutorul unui dispozitiv cu un sistem de cupe în formă de unghi drept, în care sînt aşezate pachete de celuloză manual şi care avansează spre gura de descărcare.

Schimbarea poziţiei cupelor asigură alunecarea succesivă şi uniformă a foilor de celuloză prin deschiderea, în formă de pîlnie, direct în alcalizator pentru operaţia următoare. În cazul folosirii a două tipuri de celuloză, amestecul trebuie să fie foarte bine executat.

Condiţionarea este necesară pentru reducerea şi uniformizarea umidităţii celulozei.

Diferenţele care pot apărea în operaţia de mercerizare aplicată după procedeul clasic, datorită variaţiei de umiditate a celulozei, pot fi :

— gradul de diluare diferit al soluţiei de hidroxid de sodiu în diferite zone ale foilor de celuloză, rezultînd o compoziţie neomogenă a alcali-celulozei ;

— obţinerea unui grad diferit de umflare a celulozei în leşia de mercerizare care duce la o presare neuniformă ;

Scanned with OKEN Scanner

— viteze diferite de difuziune a leșiei care provoacă extragerea neuniformă a hemicelulozelor și a altor impurități solubile în hidroxid de sodiu ;

— realizarea unui conținut constant de celuloză în șarjele de filare.

De obicei, umiditatea celulozei la livrare variază între 8 și 12%, de aceea se aplică o operație de uscare și uniformizare a umidității, care să aducă umiditatea celulozei la valori cuprinse între 4 și 6%.

După uscare, pachetele de celuloză se așază pe platforme în stive, menținîndu-se pentru răcire 14—16 h, după care se determină umiditatea și se calculează cantitatea de celuloză uscată pentru o șarjă de mercerizare.

De obicei se pregătesc șarje de 200—210 kg celuloză.

Uscarea celulozei nu este necesară în cazul proceselor continue cu alcalizatoare.

Fabricarea alcali-celulozei (mercerizarea celulozei). Prima modificare a celulozei într-un proces de fabricare a viscozei este transformarea ei în alcali-celuloză prin tratare cu hidroxid de sodiu (mercerizare) și este una dintre fazele principale.

Se înțelege prin *mercerizare* tratarea celulozei cu soluție de NaOH 18%, iar ca urmare a reacției se obține un produs diferit numit *alcali-celuloză* (produs de adiție) :

$$(C_6H_{10}O_5) + NaOH \rightarrow (C_6C_{10}O_5)_n \cdot NaOH.$$

În același timp se îndepărtează și compușii cu masă moleculară mică (hemiceluloze solubile) pentru obținerea conținutului maxim de celuloză care se ia în considerare, fiind efectiv transformată în fibră.

În paralel are loc și o degradare a celulozei care se poate măsura prin scăderea cu 10—15% a gradului de polimerizare inițial.

Parametrii procesului de mercerizare care se iau în considerare pentru stabilirea condițiilor optime de lucru în această fază sînt : timpul de mercerizare, timpul de introducere a leșiei, concentrația soluției de hidroxid de sodiu, temperatura de regim, raportul de soluție față de greutatea celulozei și în final raportul de presare sau gradul de presare și utilajul folosit. Menținerea constantă a acestor parametri la valorile stabilite are deosebită importanță pentru calitatea produsului finit.

— *Timpul de mercerizare* se stabilește în funcție de reacția de formare a alcali-celulozei și de timpul necesar pentru extragerea maximă a hemicelulozelor.

Scanned with OKEN Scanner

Procedeul clasic prevede pentru operaţia executată în prese de mercerizare cu piston, pentru o operaţie completă, un timp de mercerizare de circa 130 min.

Timpul de mercerizare este determinat de viteza de extracţie a hemicelulozelor ; cea mai mare parte se elimină în primele 30 min, fără să se poată obţine îndepărtarea totală a hemicelulozelor nici după 60 min, care reprezintă timpul obişnuit de circulaţie a leşiei. Leşia rezultată prin presarea alcali-celulozei (leşia de presare) conţine mai multe hemiceluloze, 20—25 g/l, iar leşia de scurgere 10—14 g/l.

— *Soluţia de hidroxid de sodiu* se introduce în cuva presei de mercerizare, foarte lent, pentru îndepărtarea aerului de pe foile de celuloză şi pentru evitarea deranjării pachetelor care au tendinţă de plutire. Prin aplicarea operaţiei de mercerizare în alte utilaje sau folosind celuloza înnobilată, durata operaţiei de mercerizare este mult redusă. *Concentraţia optimă în hidroxid de sodiu* a leşiei de mercerizare depinde de calitatea celulozei. În cazul celulozei sulfit din molid se lucrează obişnuit cu soluţie de NaOH 18%. Mărirea concentraţiei de hidroxid de sodiu din leşia de mercerizare este indicată pentru celulozele slab reactive.

Alegerea concentraţiei de hidroxid de sodiu depinde de temperatura la care are loc operaţia. În cazul procedeului cu prese de mercerizare, *temperatura optimă aplicată* este de 18—20°C, pentru a limita degradarea celulozei dacă s-ar folosi temperaturi mai înalte şi a limita umflarea prea mare a celulozei dacă s-ar folosi temperaturi mai joase. Faţă de temperatura stabilită nu se admit variaţii mai mari de ± 1°C.

— *Raportul de flotă* reprezintă volumul de soluţie de hidroxid de sodiu faţă de greutatea celulozei. În presele de mercerizare se utilizează un raport de 1 : 20. Se pot folosi şi alte rapoarte, după specificul utilajului. În cazul îndepărtării excesului de leşie prin presare avansată se pot folosi şi rapoarte mai mari. Raportul de flotă se corelează cu sistemul de regenerare a leşiilor. La alcalizatoarele moderne cu proces continuu, raportul de flotă este mai mare (1 : 30).

După terminarea operaţiei şi îndepărtarea leşiei de scurgere alcali-celuloza se supune presării, leşia de presare rezultată fiind colectată separat.

— *Gradul de stoarcere* sau *raportul de presare* reprezintă raportul între cantitatea de celuloză introdusă la mercerizare şi greutatea de alcali-celuloză rezultată.

Scanned with OKEN Scanner

În medie, acest raport este de 1 : 2,4 pînă la 1 : 3. După presare, alcali-celuloza are deci o greutate de 2,4—3 ori mai mare decît celuloza inițială, prezentînd următoarele caracteristici :

Compoziția alcali-celulozei	%
celuloză	29—31
NaOH	15—16
apă	54—55

Realizarea unui raport de presare optim influențează următorii parametri :

— consumul specific de hidroxid de sodiu ;

— consumul specific de sulfură de carbon necesar la xantogenare ;

— îmbunătățirea calității xantogenatului prin reducerea formării compușilor secundari ;

— îndepărtarea cît mai completă a hemicelulozelor.

La cîntărirea fiecărei șarje de alcali-celuloză descărcată din presă, se calculează raportul de presare și se caută menținerea la o valoare cît mai apropiată a șarjelor. Leșia de mercerizare se îmbogățește în carbonat de sodiu prin carbonatare în timpul procesului sub acțiunea bioxidului de carbon și a oxigenului. Această tendință crește cu temperatura de mercerizare. Prezența carbonatului de sodiu peste o anumită limită este contraindicată, întrucît acționează ca electrolit în soluția de viscoză.

Tehnologia de fabricare a alcali-celulozei. Procesul de mercerizare se poate aplica în condiții puțin diferite de la caz la caz, după sistemul constructiv al utilajelor folosite, la care se adaptează parametrii principali. Din acest punct de vedere, utilajele folosite pentru operația de mercerizare sînt de două tipuri :

— prese de mercerizare clasice ;

— utilaje moderne pentru obținerea alcali-celulozei în proces continuu.

Prese de mercerizare după procesul clasic se folosesc și în țara noastră, la unitățile vechi de fibre artificiale. După modul de descărcare se cunosc trei posibilități constructive ale preselor de mercerizare : *cu descărcare pe la partea superioară, cu descărcare frontală* și *cu descărcare pe la partea inferioară.*

Presele cu descărcare frontală și cele cu descărcare la partea inferioară dau posibilitatea ca pachetele de alcali-celuloză, la sfîrșitul operației să fie descărcate direct în cărucioare sau în aparate de desfibrare pentru faza următoare.

Scanned with OKEN Scanner

O presă de mercerizare se compune din următoarele părţi principale :

— cada de mercerizare a celulozei cu sisteme de separare a pachetelor de celuloză prin plăci perforate ;

— pistonul cu placa pentru presarea alcali-celulozei ;

— dispozitivul pentru descărcare ;

— utilaje anexă pentru acţionarea pistonului.

Modul de lucru la presele de mercerizare cu cadă este, în principiu, asemănător în toate cazurile.

Încărcarea pachetelor de celuloză pentru o şarjă cîntărită în prealabil se face manual. Foile de celuloză se aşază între compartimente, după spaţiul disponibil dintre plăci. După încărcarea celulozei, se introduce soluţia de hidroxid de sodiu cu viteza stabilită, de concentraţie verificată şi adusă la temperatura de reacţie. Se începe recircularea leşiei pentru realizarea extracţiei hemicelulozelor.

La teminarea operaţiei se îndepărtează prin cădere liberă leşia de scurgere, care se colectează în rezervoare speciale şi se continuă presarea pînă la gradul de presare stabilit.

În final, alcali-celuloza se descarcă, se cîntăreşte şi se trimite în fazele următoare. Toate aceste operaţii se execută cu stricteţe după programul detaliat şi parametrii de lucru stabiliţi.

Procedeele moderne de mercerizare se pot realiza în aparate continue a căror construcţie diferă după forma în care se utilizează celuloza (fulgi, foi sau rulouri). Pentru aplicarea continuă a operaţiei de merceriazre, utilajele folosite trebuie să asigure iniţial reacţia prin îmbibare cu soluţie de hidroxid de sodiu şi în continuare stoarcerea alcali-celulozei.

Aparatele continue pentru realizarea alcali-celulozei se numesc *alcalizatoare.* Un exemplu de alcalizator este reprezentat în fig. 19.

Acest aparat este un rezervor vertical prevăzut cu o manta pentru reglarea temperaturii de reacţie şi un agitator cu palete pentru sfărîmarea celulozei şi formarea pastei. Agitatorul este montat vertical şi acţionat la partea superioară. Alimentarea continuă şi constantă a celulozei se realizează cu ajutorul unei instalaţii auxiliare formată din două benzi transportoare şi un sistem de dozare mecanic care asigură cantitatea de celuloză pe unitatea de timp, introducerea în aparat făcîndu-se la partea superioară, printr-un spaţiu special în formă de pîlnie.

Soluţia de hidroxid de sodiu se introduce şi se evacuează continuu, păstrîndu-se un nivel constant în aparat. Există posibilitatea de modificare a parametrilor de alimentare după necesitate. Aceste

Scanned with OKEN Scanner

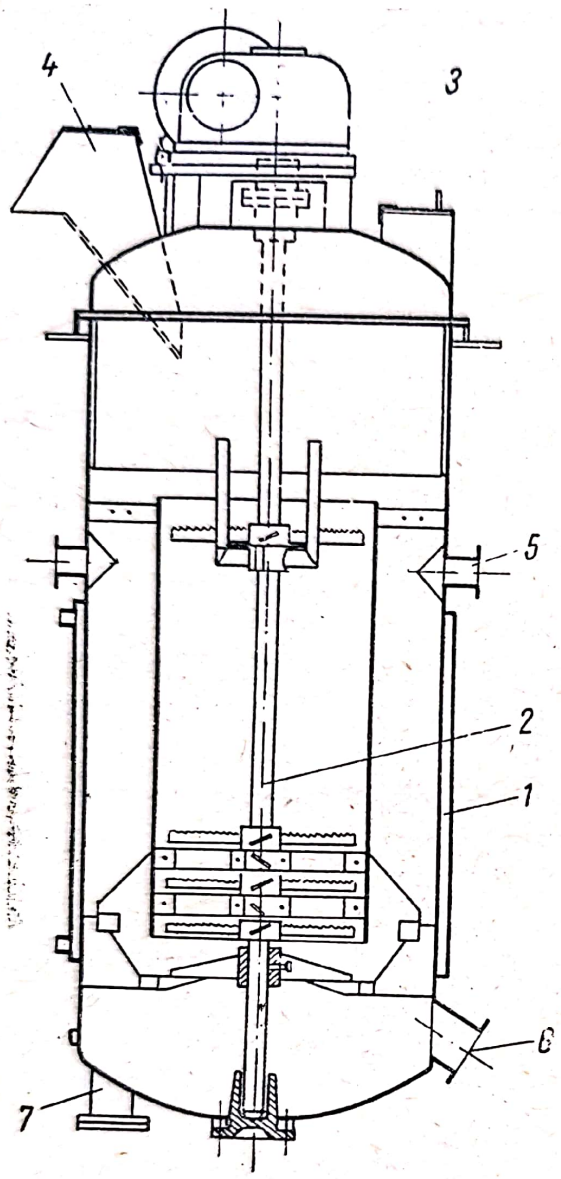


Fig. 19. Alcalizator cu acțiune continuă :

1 — manta ; *2* — axul cu palete ; *3* — motor cu reductor ; *4* — pîlnie de alimentare ; *5* — intrarea leșiei ; *6* — conductă pentru evacuarea pastei de alcali-celuloză ; *7* — știuț de spălare.

aparate au o productivitate mul mai mare decît presele clasice, ajungînd pînă 5 m^3 volum la o producție de celuloză de 30 t/zi. Timpul de staționare în aparat, datorită amestecării și temperaturii înalte de lucru pînă la 50°C, este mult micșorat.

Procedeul cu alcalizatoare este utilizat la combinatul de fibre artificiale Brăila, pentru toate liniile de fabricație și sortimentele de produse. Aceste alcalizatoare de tip nou au un volum de 12 m^3, folosindu-se 10 000 l soluție NaOH și 300 kg celuloză, realizînd o suspensie alcalină cu un conținut de 3—3,5% celuloză.

Alcalinizarea are loc la temperatura de 46—48°C, reglîndu-se intrarea leșiei. Printr-un preaplin reglabil, alcali-celuloza este trimisă într-un vas intermediar de 30 m^3, prevăzut cu agitator, în care se aduce alcali-celuloza la temperatura dorită, servind și ca vas tampon pentru alimentarea preselor de stoarcere în faza următoare. Timpul total de alcalizare este de 36 min, rezultînd din însumarea timpului (de 16 min) necesar în primul alcalizator cu timpul (de 20 min) necesar pentru staționare în vasul intermediar. Aceste utilaje sînt mult mai economice, avînd o productivitate mare.

Prin îmbibarea celulozei la cald se realizează o umflare mai mică decît la rece, ceea ce este necesar pentru stoarcerea în condiții mai bune.

Instalația este automatizată și prevăzută cu sisteme de semnalizare și aparatură de control a parametrilor de bază.

Pentru procesul de stoarcere continuă, cu realizarea unui produs constant și cu un conținut de celuloză de minimum 30%, au fost concepute instalații de presare după mai multe principii, cele

Scanned with OKEN Scanner

mai cunoscute fiind : *prese cu sită, prese continue cu filtre cu vid* și *prese cu melc.*

Pasta de celuloză este alimentată la partea superioară, se agită și este preluată de primul melc, intrînd în camera de compresiune orizontală prevăzută cu prese de stoarcere prin micșorarea intervalului dintre spire, proporțional, pînă la sfîrșitul melcului. Evacuarea se efectuează continuu, rezultînd alcali-celuloză sub formă de spirală foarte ușor de desfibrat. Presele cu melc au capacitate mai mare de producție.

Presele cu sită, de construcție îmbunătățită, sînt utilizate cu rezultate bune la Combinatul de fibre artificiale Brăila. Aceste prese se compun din două părți : *partea cu site și presa cu cilindri.*

La partea cu site există o cutie de intrare cu distribuitor pentru suspensia de alcali-celuloză, o sită superioară și una inferioară de oțel, cu distanță reglabilă între ele, și un dispozitiv de tensionare și conducere a sitelor. Lățimea sitei este de 1,5 m, iar presiunea liniară pe cilindrul cel mai apropiat atinge 100 kg/cm^2. În partea cu site se îndepărtează cea mai mare parte din leșie, prin presarea în continuare a pastei, care se îngroașă treptat, se realizează o evacuare uniformă a leșiei, obținîndu-se alcali-celuloză sub formă de strat omogen de 1,3 m lățime și 10—12 mm grosime.

Suspensia de alcali-celuloză, din vasul intermediar de alcalizare descris mai înainte, se alimentează la aceste prese de unde se obține o alcali-celuloză cu 33—34% celuloză și un grad mare de presare (2,7) obținut în partea a doua a mașinii la presa cu cilindri.

Presa cu cilindri lucrează la o presiune mare care atinge valoarea de 300 at, iar modul de acționare al acesteia asigură reglarea la diferite raporturi de viteze între părțile principale ale mașinii. Leșia care se scurge de la presă este trecută peste un filtru cu tamburi, numit *sită,* la rezervorul de colectare a leșiei de presare.

Filtrul cu tamburi are sarcina de a separa din soluție fibrele care cad din stratul de alcali-celuloză, și este spălat continuu. Alcali-celuloza, sub forma unui strat presat, cade de la instalația de presare într-un dispozitiv de destrămare sau de desfibrare.

Desfibrarea alcali-celulozei. Alcali-celuloza rezultată după unul din procedeele de mai înainte este desfibrată mecanic în faza următoare, pentru a se obține o afînare satisfăcătoare în scopul măririi suprafeței de reacție cu sulfură de carbon la prepararea xantogenatului. În timpul acestei operații are loc și o degradare oxidativă parțială a celulozei sub acțiunea oxigenului din aer, care este proporțională cu timpul.

Scanned with OKEN Scanner

Factorii care determină condiţiile şi proprietăţile alcali-celulozei desfibrate sînt : timpul de desfibrare, temperatura şi specificul constructiv al aparatului.

Prin creşterea timpului de desfibrare scade masa moleculară a celulozei şi creşte conţinutul de hemiceluloză, iar prin creşterea temperaturii viteza de degradare creşte. Această proprietate a fost utilizată pentru scurtarea timpului de realizare a masei moleculare necesară filării prin ridicarea temperaturii la operaţia de desfibrare. Procedeul este cunoscut sub denumirea de *prematurare prescurtată.*

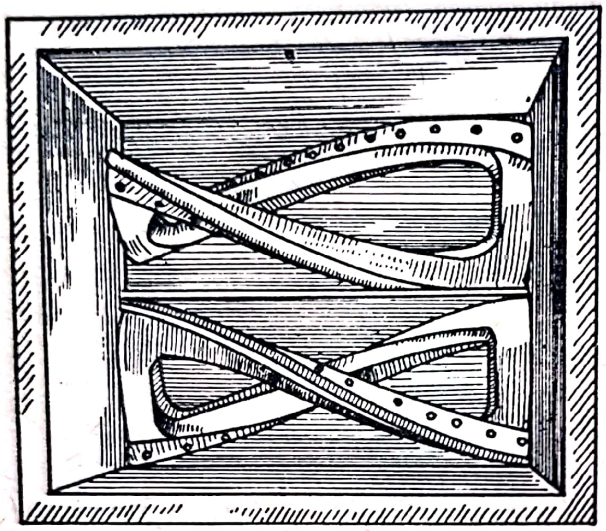


Fig. 20. Axele cotite ale desfibratorului cu acţiune discontinuă.

Utilajele folosite pentru desfibrarea alcali-celulozei. Utilajele folosite pot fi cu acţiune discontinuă în procedeul clasic, sau cu acţiune continuă la instalaţiile moderne.

— *Desfibratoarele cu acţiune discontinuă* sînt utilaje robuste compuse dintr-un corp cu fundul în formă de şa, prevăzut cu dinţi de oţel. În interior se rotesc două axe cotite ale agitatorului prevăzute cu dinţi frezaţi (fig. 20), care execută desfibrarea cu comandă automată în ambele sensuri şi la viteze diferite.

Aparatele sînt prevăzute cu manta de răcire şi de încălzire, în funcţie de necesitatea reglării parametrilor procesului aplicat.

Operaţia durează aproximativ 2 h, după care şarja se descarcă şi se controlează la laborator, determinîndu-se conţinutul în α-celuloză, conţinutul în alcalii totale (hidroxid şi carbonat) şi greutatea volumică, care este unitatea de măsură a gradului de afînare şi care în mod curent are o valoare de 180—200 g/l.

— *Procesele continue* prevăd desfibrarea în aparate de volum mic şi cu productivitate mare, pe discuri rotative prevăzute cu dinţi, unul fix şi altul mobil cu o turaţie foarte mare care poate realiza o desfibrare fină de 80—100 g/l (greutate volumică).

Cu cît alcali-celuloza este mai afînată, volumul ocupat este mai mare şi greutatea mai mică.

În desfibratoarele cu acţiune continuă desfibrarea are loc în două trepte cu viteză mare, ajungîndu-se la greutate volumică convenabilă (120—180 g/l).

Scanned with OKEN Scanner

La Combinatul de fibre artificiale Brăila, fiecare presă de stoarcere a alcali-celulozei este prevăzută cu un desfibrator de acest tip de productivitate mare.

Prematurarea alcali-celulozei. În acest proces se urmărește scăderea masei moleculare a celulozei din alcali-celuloză, pentru a se obține o soluție de filare cu viscozitate și filtrabilitate corespunzătoare. Aceasta este de fapt o depolimerizare dirijată.

Soluția de viscoză rezultată din alcali-celuloză care nu a fost supusă unui proces de prematurare nu poate fi filată în condiții obișnuite, deoarece prezintă o viscozitate prea mare.

Factorii care determină viteza de prematurare sînt : calitatea celulozei, gradul de presare a alcali-celulozei, respectiv cantitatea de alcalii și de hemiceluloze remanente, timpul, temperatura și utilajele în care se execută prematurarea.

Timpul de prematurare se poate micșora prin creșterea temperaturii.

Procedee de prematurare. Operația de prematurare se poate efectua prin procedee discontinue sau continue.

La baza *procedeelor discontinue* stau următoarele considerente :

— prematurarea în timp se realizează prin staționarea alcali-celulozei la 22—24°C, timp de 40—50 h, ceea ce presupune un spațiu mare de depozitare și multă manoperă. Acest procedeu este aplicat la filatura „Viscofil" ;

— prematurarea prescurtată, prin ridicarea temperaturii la 35—45°C, scurtează timpul de prematurare la 4—5 h. Acest procedeu se aplică într-o variantă deosebită la fabrica „Viscoza" Lupeni, unde prematurarea se efectuează o dată cu desfibrarea, iar temperatura alcali-celulozei se ridică treptat la 50—55°C și se răcește din nou la 22—24°C, reducînd durata operației la 4 h.

Ridicarea și coborîrea temperaturii se efectuează și se înregistrează automat pentru fiecare aparat în parte.

Alcali-celuloza cu raport mic de presare are viteză de degradare mai mare datorită conținutului mai mare în alcalii.

Reducerea gradului de polimerizare pe fazele de fabricare prin depolimerizare cauzată de fatcorii tehnologici se poate vedea în tabelul 19.

Prematurarea prin *procedeul continuu* se poate realiza în mai multe moduri, dintre care cel mai important este sistemul de mare productivitate prin *tamburi rotativi* care se folosește la Combinatul de fibre artificiale Brăila. Tamburul rotativ de prematurare are, în general, un volum mare, o mișcare lentă și o ușoară înclinare pen-

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 19

Modificarea gradului de polimerizare al celulozei în fazele tehnologice

Fazele tehnologice	Gradul de polimerizare
Celuloza sulfit inițială	800—1 000
După mercerizare	750— 900
După desfibrare continuă	700— 850
După desfibrare discontinuă	600— 700
După prematurare	450— 500
După xantogenare	350— 400
După maturare	350— 400
Fibra finită	300— 350

tru a asigura înaintarea continuă a alcali-celulozei și este prevăzut cu manta pentru realizarea temperaturii de prematurare.

Aparatele folosite la noi în țară au diametrul de 2,8 m, lungimea de 22 m, avînd o înclinare a axului principal de cîteva grade și o turație de 12—18 rot/h.

Temperatura de prematurare obișnită este de 40—45°C, iar pentru fibrele de mare rezistență, pentru menținerea unui grad de polimerizare puțin mai mare, prematurarea este condusă la temperaturi mai joase (30°C). Temperatura și timpul de prematurare sînt parametrii principali.

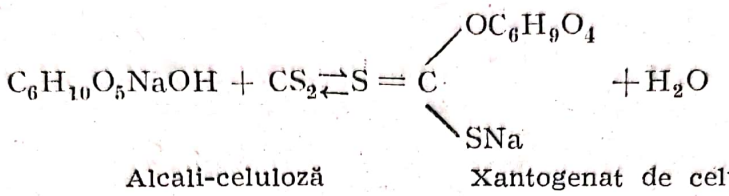
Tamburul rotativ este prevăzut cu un dispozitiv reglabil, pentru a se putea lucra în diferite condiții, fiind posibilă modificarea timpului între 5 și 10 h și a temperaturii între 15 și 45°C. Pentru împiedicarea continuării procesului de depolimerizare în timpul transportului pînă la silozul de cîntărire, alcali-celuloza, la ieșirea din tamburul rotativ, este supusă unui proces de răcire într-un agregat special și apoi transportată pneumatic în instalația de cîntărire automată, pentru alimentarea mașinilor de la operația de xantogenare.

Xantogenarea alcali-celulozei. După prematurare, alcali-celuloza trece la operația de xantogenare, unde are loc tratarea cu sulfură de carbon (CS_2) cu care reacționează, transformîndu-se într-un compus numit *xantogenat de celuloză,* solubil în apă și în alcalii. Această operație se numește și *sulfurare.*

Sulfura de carbon reacționează, în general, cu grupele OH (alcoolice), în mediul alcalin, formînd săruri ale acidului xanto-

Scanned with OKEN Scanner

genic. Se poate considera că și alcali-celuloza reacționează cu sulfura de carbon ca un alcoolat prin reacția cu hidroxilii celulozei. Se știe că numai o parte din hidroxilii celulozei au fost tratați cu alcalii și numai aceștia iau parte la reacția de xantogenare. Această combinație a celulozei are formula :



Alcali-celuloză — Xantogenat de celuloză

Cantitatea de sulfură de carbon legată chimic, raportată la numărul de hidroxili din lanț, se numește *grad de esterificare*. Pentru măsurarea gradului de esterificare s-a introdus indicele γ care reprezintă numărul de grupe OH pentru 100 de unități de glucoză substituite în reacția de xantogenare. Întrucît o unitate de glucoză are trei hidroxili, rezultă că valoarea maximă a indicelui γ este de 300. Această valoare în practică nu se poate atinge și nici nu este necesar, întrucît se obține o bună solubilitate a xantogenatului la valoarea $\gamma = 50$, care corespunde pentru fabricație.

Parametrii de bază care determină calitatea procesului de xantogenare și care în practică trebuie corelați sînt : *gradul de presare, cantitatea de sulfură de carbon consumată, timpul și temperatura.*

Gradul de presare al alcali-celulozei influențează cantitatea de produse secundare care se formează în procesul de xantogenare. La un grad avansat de presare se reduce cantitatea de produse secundare, iar xantogenatul format nu are tendința de lipire. Cantitatea de sulfură de carbon utilizată în operația de xantogenare este, de obicei, pentru realizarea unui xantogenat corespunzător, de 32—35% față de greutatea α-celulozei.

Din cantitatea de sulfură de carbon folosită, un procent de 65—70% se leagă chimic de celuloză prin reacția principală, 25—30% se consumă în produse secundare și circa 5% rămîne liber în masa și în spațiul de reacție, fiind îndepărtat la sfîrșitul operației prin absorbție cu ajutorul vidului.

Ca produse secundare se formează tritiocarbonatul de sodiu care dă culoare portocalie xantogenatului.

Pentru obținerea unui xantogenat perfect solubil este necesară respectarea unui timp de xantogenare optim.

În practică se urmărește modificarea culorii produsului, care indică sfîrșitul reacției, și scăderea presiunii din interiorul aparatului, care arată consumarea vaporilor de sulfură de carbon. Operația durează, în funcție de condițiile de aplicare, circa 2 h.

Scanned with OKEN Scanner

Temperatura de xantogenare influenţează viteza de reacţie. În general, se lucrează la temperaturi cuprinse între 26 și 35°C, datorită volatilităţii sulfurii de carbon.

Reacţia este exotermă începînd la 21—23°C și ajungînd la sfîrşit la 27—28°C. Din această cauză, utilajele în care se execută xantogenarea sînt prevăzute cu manta de răcire pentru reglarea regimului termic. Creşterea temperaturi nu este recomandă, întrucît are loc și o saponificare parţială a celulozei.

Aparatura necesară pentru xantogenarea alcali-celulozei. Spre deosebire de operaţiile precedente, xantogenarea alcali-celulozei se realizează în proces discontinuu, pe şarje.

Aparatele folosite se împart în două categorii :

— aparate în care are loc numai xantogenarea, iar dizolvarea se continuă în alt aparat ;

— aparate în care are loc xantogenarea şi dizolvarea preliminară a produsului.

Aparatele în care are loc numai xantogenarea se numesc *barate* și pot avea formă cilindrică, hexagonală sau de butoi-înclinat. Barata cea mai cunoscută este barata hexagonală sau cilindrică și este prezentată în fig. 21.

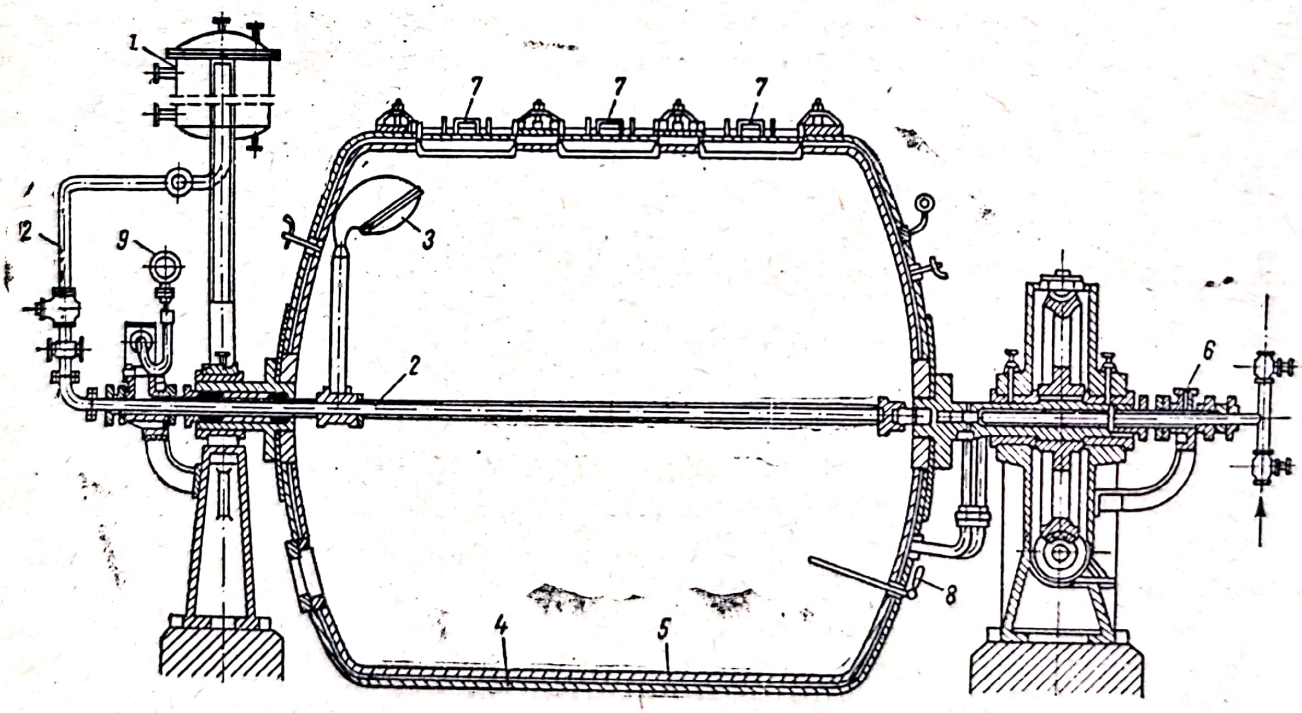


Fig. 21. Barată :

Fig. 22. Tabloul de comandă al maşinii Simplex de la C.F.A. Brăila.

1 — vas de măsură pentru sulfură de carbon ; *2* — conductă pentru sulfură de carbon ; *3* — ţeavă pentru aspiraţia aerului ; *4* — manta de răcire ; *5* — corpul baratei ; *6* — racord pentru apă de răcire ; *7* — guri de încărcare ; *8* — termometru ; *9* — manovacuumetru.

Scanned with OKEN Scanner

Barata este un recipient din tablă de oţel prevăzut cu manta, în care circulă apa de răcire (14—15°C) pentru termostatarea alcali-celulozei. Pentru omogenizarea absorbţiei de sulfură de carbon în masa alcali-celulozei, barata are o mişcare lentă, de 2—3 rot/min. Prin axul baratei se introduce sulfura de carbon alimentată prin intermediul unui vas de dozare. Barata este prevăzută cu un vizor special, pentru urmărirea reacţiei, şi cu guri de încărcare, care se închid ermetic cu capac. În interiorul baratei sînt montate o pîlnie de aerisire şi un termometru pentru controlul temperaturilor de reacţie ; de asemenea, barata are şi un monovacuummetru pentru verificarea presiunii.

Aparatele moderne sînt prevăzute cu dispozitive automate pentru control. Sulfura de carbon este introdusă în dozator sub presiune de apă.

Datorită pericolului de explozie a amestecului sulfură de carbon-aer, xantogenarea se execută într-o încăpere separată, cu aerisire şi ventilaţie speciale. Barata este aerisită de la operaţia precedentă şi curăţită, după care se încarcă cu o nouă şarjă de alcali-celuloză, se închide capacul etanş şi se pune în mişcare apartul.

Se face vid în interior şi se introduce prin ţeava perforată cantitatea de sulfură de carbon necesară. Pentru ca temperatura finală să nu depăşească 28°C se introduce apă rece în manta.

Durata operaţiei de xantogenare este de aproximativ 2 h. După terminarea xantogenării se aeriseşte barata înainte de deschiderea capacului, îndepărtîndu-se sulfura nereacţionată cu ajutorul vidului, după care xantogenatul se descarcă în cărucior sau direct în vasul de dizolvare, prin cădere liberă.

Pentru transport se folosesc cărucioare de lemn pe şine de cupru. Nu este permisă folosirea fierului la confecţionarea şinelor, deoarece poate provoca explozie. După descărcare, barata se curăţă de lipiturile de pe pereţi cu scule de lemn sau de cupru. Materialul rezultat din curăţire este deşeu. Volumul baratei depinde de şarjele de alcali-celuloză din fazele precedente.

Aparatele din *instalaţiile moderne* de realizare a xantogenării prezintă o serie de avantaje faţă de xantogenarea în barate.

Sistemul de lucru cu barate este aplicat la unităţile vechi de viscoză.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila, secţia de xantogenare este dotată cu aparate moderne Simplex, în care se execută xantogenarea şi dizolvarea preliminară a xantogenatului.

Scanned with OKEN Scanner

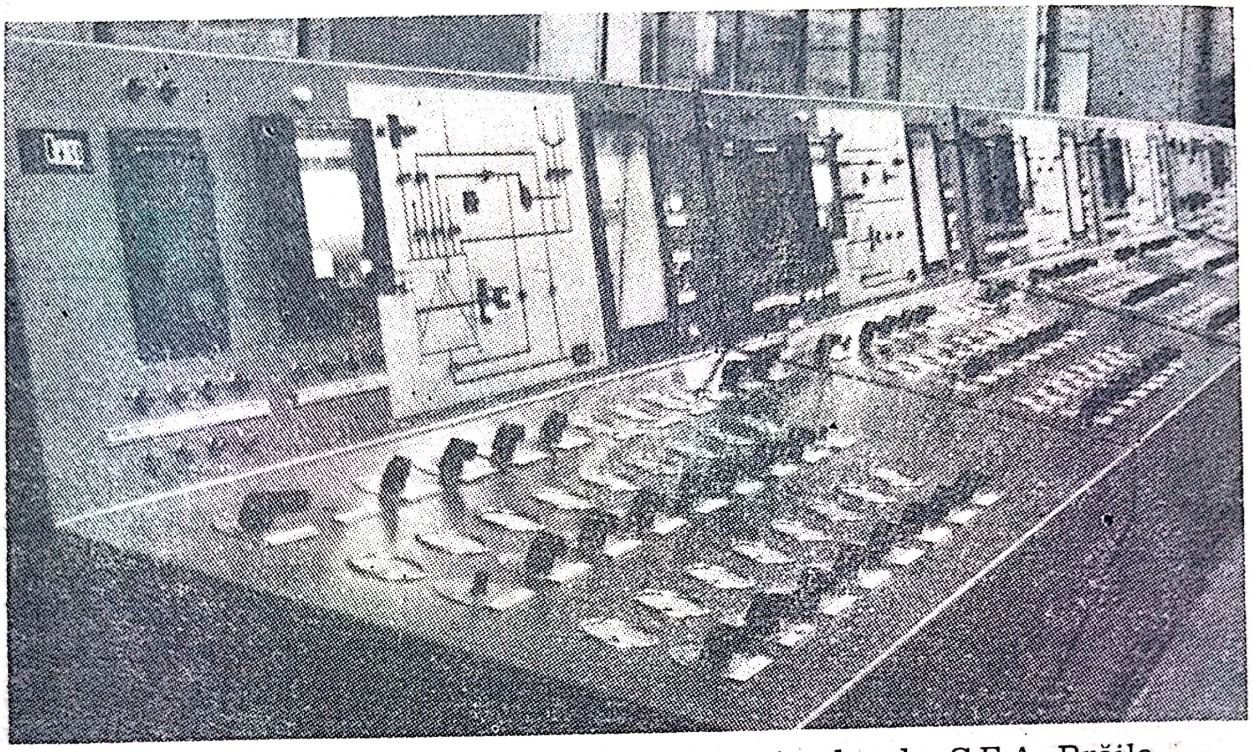


Fig. 22. Tabloul de comandă al mașinilor simplex la C.F.A.-Brăila.

Mașinile Simplex lucrează discontinuu, cu funcţionare automatizată pentru toate operaţiile care se dirijează de la tabloul de comandă (fig. 22).

Alcali-celuloza cîntărită pentru o șarjă se transportă pe bandă, descărcîndu-se automat în unul din aparatele libere, pregătite pentru încărcare.

Mașina Simplex se compune dintr-un recipient orizontal confecţionat din tablă de oţel cu manta dublă, prevăzut cu agitator cu două braţe elicoidale de oţel inoxidabil. Este prevăzută cu racorduri pentru sulfură de carbon, leșie, apă de clătire și vid, cu vizor, sistem de iluminare precum și cu dispozitiv de siguranţă montat pe capac. Un racord este legat de ventilul de aspiraţie. Aparatul este perfect etanș.

Operatorul chimist efectuează succesiv următoarele operaţii :

— introducerea alcali-celulozei prin clapeta aparatului ;
— evacuarea, cu ajutorul vidului, a aerului din aparat ;
— adăugarea sulfurii de carbon ;
— degazarea aparatului după terminarea sulfurii ;
— introducerea leșiei ;
— pornirea agitatorului de mare turaţie ;
— golirea șarjei din aparat în vasul de dizolvare ;
— spălarea aparatului cu un rest de leșie de dizolvare ;
— închiderea ventilelor de golire.

Scanned with OKEN Scanner

Aparatul Simplex prevăzut cu manta de răcire funcţionează la temperaturi de 28—35°C, iar operaţia durează 50—60 min, care faţă de barate, unde operaţia are loc la 22—28°C timp de 2 h, prezintă avantaje tehnologice importante.

Prin dispozitive de siguranţă se dau semnale de alarmă atunci cînd temperatura sau vidul nu se află în limitele normale şi dacă

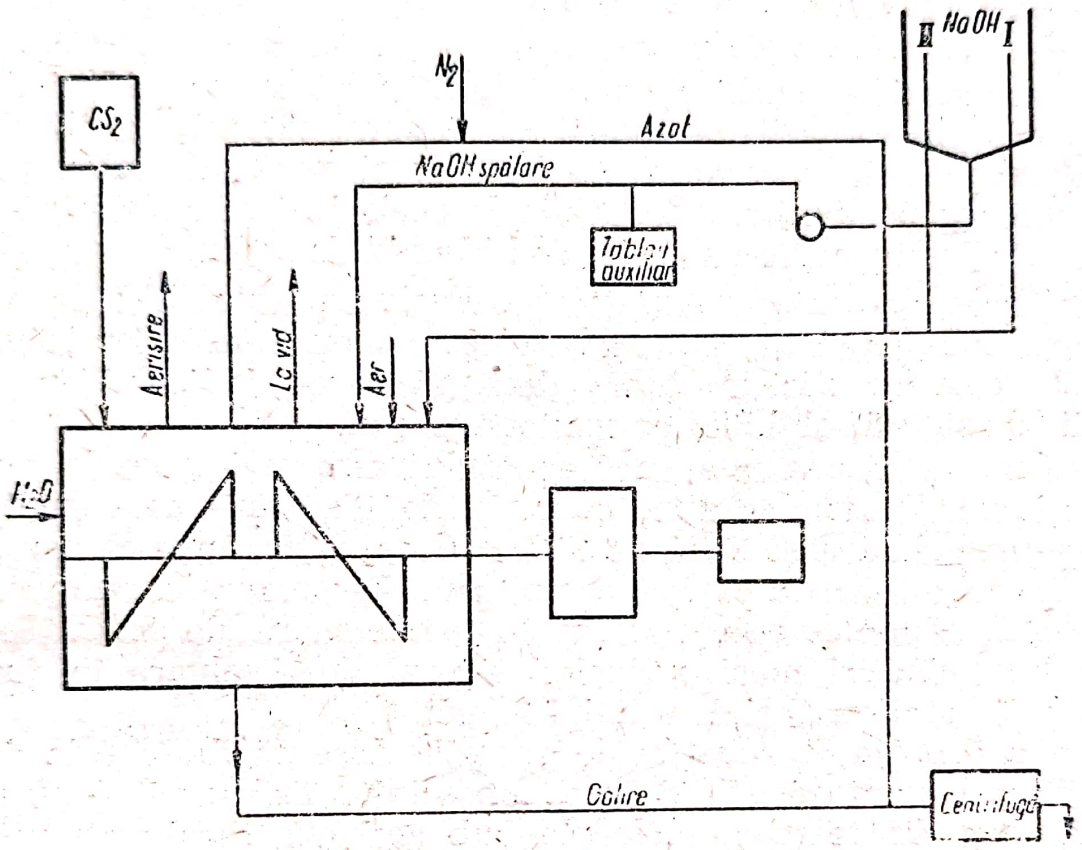


Fig. 23. Schema sinoptică a fabricării xantogenatului pe cord pe maşina Simplex.

în interiorul aparatului de xantogenare se produce o presiune peste limita admisă.

În fig. 23 este dată schema sinoptică a aparatului Simplex pentru fabricarea reţelelor cord.

Dizolvarea xantogenatului. Xantogenatul de celuloză obţinut în faza precedentă se dizolvă în alcalii diluate, transformîndu-se într-o soluţie de culoare portocalie, vîscoasă, cunoscută sub numele de *viscoză*.

Viscoza proaspătă se numeşte *viscoză de dizolvare* şi are caracteristici diferite faţă de *viscoza* de *filare* care suferă un proces fizico-chimic de îmbătrînire în perioada de pregătire pentru filare.

Factorii principali ai procesului de dizolvare. Capacitatea de dizolvare a xantogenatului este influenţată de mai mulţi factori

de care se ţine seama pentru stabilirea parametrilor optimi, atît în fazele precedente cît şi în operaţiile următoare, şi anume :

— omogenitatea fizică şi chimică a xantogenatului ;
— valoarea indicelui de esterificare ;
— gradul de polimerizare ;
— viteza de dizolvare ;
— temperatura de dizolvare ;
— eficacitatea utilajelor.

Dezavantajele produse de nerespectarea acestor factori se reflectă asupra calităţii dizolvării şi asupra vitezei de dizolvare.

Xantogenatul, care prezintă bulgări şi porţiuni lipite, parţial dizolvate sau porţiuni neesterificate la acelaşi nivel se dizolvă greu, împiedicînd pătrunderea soluţiei de hidroxid de sodiu.

Indicele γ pentru o perfectă dizolvare este 50 ; la valori cuprinse între 40 şi 25, xantogenatul este greu solubil, iar la valoarea 123 este practic insolubil, deci păstrarea indicelui în jurul valorii 50 asigură solubilitatea xantogenatului.

Viteza de dizolvare a xantogenatului este mai mare la temperaturi joase. Pentru aceasta, operaţia de dizolvare se execută cu răcirea prealabilă a soluţiei de hidroxid de sodiu, întrucît xantogenatul de celuloză este cald, începîndu-se dizolvarea la temperatura de 7—8°C, ajungîndu-se în final la temperatura de 10°C. Se pot aduce îmbunătăţiri mari, reducînd timpul de dizolvare în funcţie de factorii menţionaţi şi de utilajul folosit.

În mod obişnuit, o astfel de operaţie durează de la 4 la 6 ore. Solubilitatea xantogenatului este consecinţa distrugerii legăturilor de hidrogen dintre macromolecule, sub acţiunea dizolvantului.

Utilajele folosite în procesul de dizolvare. Sistemele iniţiale pentru dizolvarea xantogenatului au fost simple. Dizolvarea s-a realizat în vase orizontale, cilindrice, prevăzute cu ax cu agitator şi manta de răcire pentru conducerea operaţiei la temperatura de 8—10°C. Acest sistem a fost modificat pentru reducerea timpului de dizolvare, care ajungea în acest caz pînă la 10 ore. Sistemul de amestecare a fost completat şi cu palete fixe sudate în corpul aparatului pentru sfărîmarea bulgărilor. Cele mai bune rezultate, care au redus timpul de dizolvare la 3 ore s-au obţinut prin suplimentarea vasului de dizolvare, cu recircularea soluţiei de viscoză prin pompe de sfărîmare de mare eficacitate. Cu ajutorul unei pompe cu roţi dinţate soluţia se recirculă din partea inferioară, vidată, a agregatului şi se introduce în partea superioară, trecînd prin zona de refulare cu un debit de pînă la 60 m^3/h. Această pompă conduce în circuit continuu soluţia de viscoză prin pompa de sfărîmare tip „Neiding“, cu discuri mobile şi fixe care sînt montate pe

Scanned with OKEN Scanner

același ax. Pompa cu roți dințate (fig. 24) preia soluția din vasul de dizolvare (fig. 25), o trece prin aparatul pompă de sfărîmare (fig. 26) și o readuce în vasul de dizolvare unde se continuă agitarea.

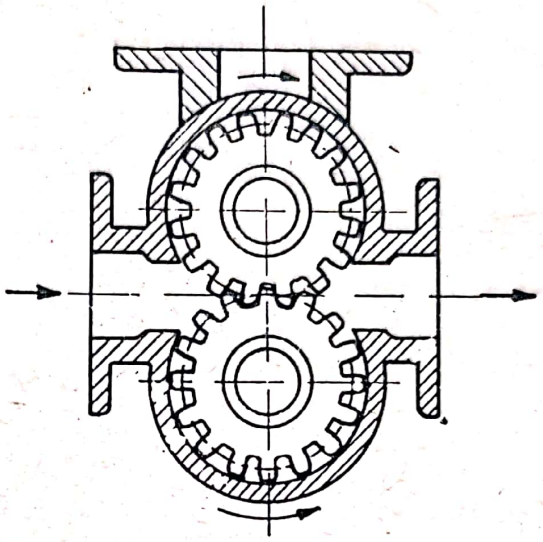


Fig. 24. Pompă cu roți dințate pentru transportul soluțiilor de viscoză.

Întreg agregatul de amestecare și de dizolvare este răcit cu saramură.

Înainte de începerea operației, în aparatul golit se introduce soluția de hidroxid de sodiu 3—4%, pentru dizolvare, răcită la 7—8°C. Se deschide circuitul de răcire și agitare, introducîndu-se treptat xantogenatul. După o oră de la începutul dizolvării se începe operația de recirculare descrisă mai înainte.

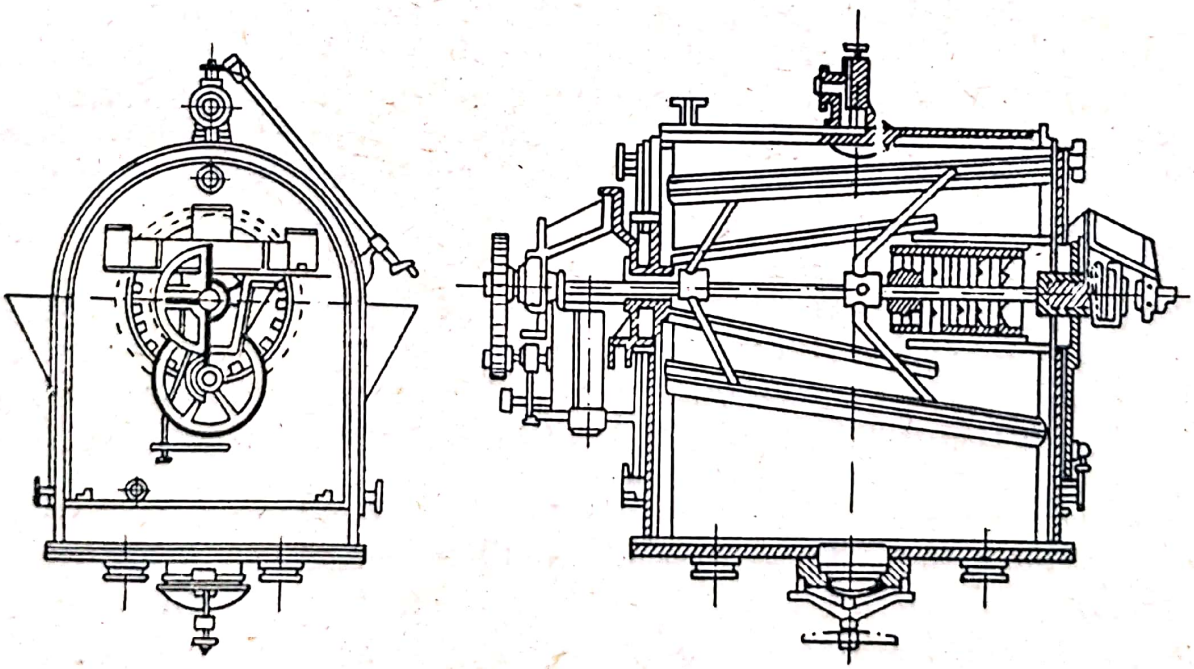


Fig. 25. Vas orizontal de dizolvare.

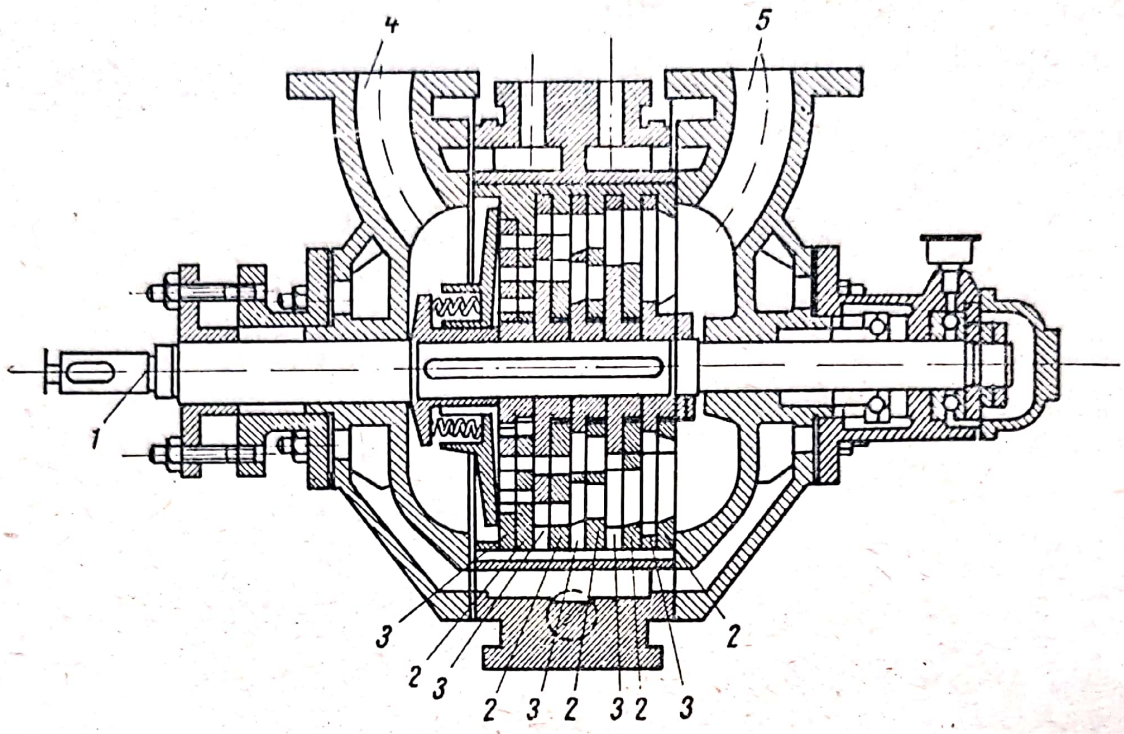


Fig. 26. Agregatul de sfărîmare pentru viscoză :
1 — ax ; *2* — discuri imobile ; *3* — discuri mobile ; *4* — racord pentru introducerea viscozei ; *5* — racord pentru evacuarea viscozei.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila utilizarea aparatelor de xantogenare Simplex modifică procesul de dizolvare obișnuit. În acest caz dizolvarea are loc în două faze :

— se introduce leșie în aparatul Simplex, la sfîrșitul operației se mărește de patru ori turația agitatorului, oprindu-se o parte din leșie pentru spălarea apartului, iar după timpul de predizolvare, se descarcă soluția în vasul de dizolvare cu turbine așezate dedesubt ; în acest aparat se desăvîrșește dizolvarea xantogenatului ;

— sistemul rotitor din vasul de dizolvare preia o parte din xantogenat printr-o mișcare rotativă, formîndu-se un curent suplimentar vertical ; în acest mod partea de xantogenat nedizolvată este adusă în centrul vîrtejului, de unde este atrasă de roata cu aripi, fixată pe fundul acestuia.

Viscoza rezultată este transportată după dizolvare în amestecătorul de viscoză. Vasul de dizolvare este prevăzut cu manta de răcire și un sistem de răcire interior. Datorită execuției acestor vase cu mare eficacitate de agitare nu mai sînt necesare dispozitivele de frecare exterioare folosite la tipurile vechi de vase. Numărul lor este determinat de numărul aparatelor Simplex și montate în serie pe două nivele.

Scanned with OKEN Scanner

Parametrii principali care trebuie reglaţi în această fază sînt : compoziţia chimică a soluţiei şi temperatura de dizolvare.

Caracteristicile soluţiei de dizolvare. Cei mai importanţi indici pentru caracterizarea soluţiei de viscoză sînt : conţinutul de polimer calculat în α-celuloză, conţinutul de sulf total şi de sulf din xantogenat, concentraţia în hidroxid de sodiu, indicele γ, indicele de maturare, viscozitatea şi filtrabilitatea soluţiei.

Limitele admisibile pentru variaţia acestor caracteristici în producţia curentă sînt foarte strînse : variaţii mai mari prezintă influenţă atît asupra calităţii soluţiei, menţinerii ei pe faze, comportării la filare, caracteristicilor fibrelor, cît şi asupra consumurilor specifice.

Fabricarea viscozei devine economică şi productivitatea se măreşte atunci cînd se lucrează cu un conţinut mai mare de polimer în soluţia de viscoză (9—9,5%).

De asemenea, reducerea conţinutului de hidroxid de sodiu are eficacitate asupra consumului specific, însă creşte instabilitatea soluţiei de filare. Prin reducerea conţinutului de hidroxid de sodiu scade corespunzător consumul de acid la filare. Alegerea parametrilor mai economici care se exprimă prin raportul NaOH : celuloză, egal în mod curent cu 0,75, depinde foarte mult şi de calitatea celulozei, de impurităţile din materiile prime folosite, care pot accelera maturarea soluţiei.

Soluţiile de viscoză care au un conţinut de hidroxid de sodiu mai mare sînt foarte stabile în timp, dar nu sînt economice (este cazul viscozei pentru cord).

Economicitatea maximă se obţine la valoarea minimă a raportului NaOH : celuloză.

Creşterea conţinutului de α-celuloză în viscoză duce la mărirea viscozităţii.

În tabelul 20 sînt centralizate caracteristicile soluţiilor de dizolvare în funcţie de destinaţia lor la filare.

Tabelul 20

Caracteristicile soluţiilor de dizolvare în funcţie de destinaţia lor la filare

Caracteristici	Viscoza pentru fire textile	Viscoza pentru celofibră	Viscoza pentru celofan
α-Celuloză, %	8,0±0,1	9,0±0,1	9,0±0,1
Hidroxid de sodiu, %	6,5±0,1	6,00	6,00
Viscozitatea, s	38—55	40—60	40—50
Sulf total, %	2,20±0,1	2,00	2,00
Indicele de esterificare γ	45—50	45—50	45—50

Scanned with OKEN Scanner

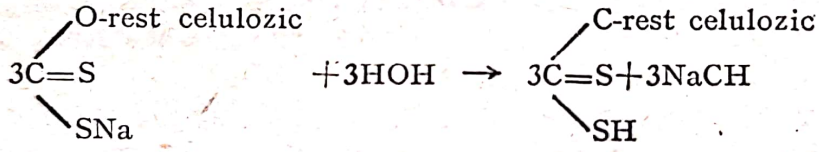
Pregătirea viscozei pentru filare. *Maturarea* viscozei. Pentru ca viscoza de dizolvare să fie corespunzătoare la filare, trebuie să treacă un timp anumit din momentul terminării dizolvării și pînă la introducerea soluției în mașina de filat. Procesul de modificare a însușirilor fizico-chimice ale viscozei se numește *maturare* (îmbătrînire). În acest interval de timp, viscoza este supusă unei serii de filtrări repetate și dezaerări.

Maturarea este condiționată de mai mulți factori și în primul rînd de timpul respectiv, care trebuie să fie constant și a cărui valoare se corelează cu toți parametrii procesului.

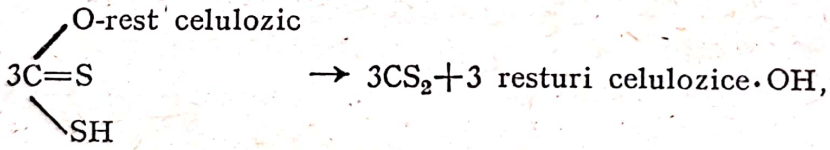
Maturarea este deci un fenomen proporțional cu timpul, iar viteza procesului este determinată de factorii fizico-chimici care acționează asupra soluției.

Reacțiile chimice care determină fenomenul de maturare se caracterizează prin deplasarea continuă a raportului dintre celuloză și sulfură de carbon.

Reacția principală care explică această modificare este hidroliza progresivă a xantogenatului de celuloză, rezultînd sulfura de carbon liberă, care reacționează în continuare cu alcaliile din soluție, formînd în final tritiocarbonați, conform schemei :



În continuare, acidul xantogenic este instabil și se descompune:



iar sulfura de carbon formată reacționează mai departe.

În urma hidrolizei xantogenatului, gradul de esterificare măsurat prin indicele γ scade continuu, la fel ca și conținutul de sulf și alcalii, în timp ce conținutul de celuloză crește odată cu cantitatea compușilor cu sulf.

Modificarea compoziției xantogenatului cu timpul de maturare este dată în tabelul 21.

Viteza de maturare a xantogenatului este influențată de mai mulți factori ai procesului tehnologic, cei mai importanți fiind temperatura și compoziția chimică a viscozei.

Viteza de maturare crește cu ridicarea temperaturii, scurtînd durata de maturare ; aceeași influență o are reducerea conținutului de alcalii libere.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 21

Modificarea compoziției xantogenatului în timpul maturării

Timpul, ore	Compoziția xantogenatului, %			Gradul de esterificare
	Celuloză	Sulf	Sodiu	
12	82,1	11,2	4,29	40
24	87,1	8,5	3,04	25
36	90,7	8,4	3,08	25
48	91,2	7,8	3,02	23
72	92,8	7,6	2,60	20
96	94,1	6,2		14
120	96,4	4,1	2,12	10

La temperaturi joase, soluția de viscoză este mult mai stabilă. Mărirea timpului de maturare se poate realiza prin creșterea conținutului de alcalii în soluție, prin creșterea conținutului de sulfură de carbon la xantogenare sau adăugată în soluția de viscoză și prin reducerea temperaturii în mediul de păstrare a soluției.

În procesul de maturare crește cantitatea de tritiocarbonat de sodiu și scade conținutul de sulfură de carbon. În timpul maturării, viscozitatea soluției se modifică, prezentînd o scădere rapidă inițial, explicată prin perfectarea dizolvării xantogenatului, apoi o scădere lentă, după care crește încet. După un anumit timp prezintă o creștere bruscă, care se datorește acțiunii electroliților formați în soluție, în urma procesului de maturare care exercită o acțiune de descompunere a xantogenatului. Modificarea viscozității în timpul maturării este influențată mult și de compoziția chimică, și de impuritățile din celuloză (Fe, Cu) și de parametrii fazelor precedente.

De toți acești factori se ține seama pentru stabilirea parametrilor de maturare, respectiv timpul corespunzător pentru filarea în bune condiții a soluției. Timpul de maturare poate varia între 30 și 50 ore. Realizarea maturării la temperaturi joase este neeconomică datorită consumului foarte mare de agent de răcire, în special pentru unitățile de producție mare, ceea ce presupune volume mari de soluție de filare. Aceasta impune o instalație anexă cu un volum mare de investiții și întreținere costisitoare. Din această cauză, prin modernizarea proceselor de maturare, în special pentru cazul fibrelor scurte, s-a reușit să se modifice convenabil parametrii de maturare, în sensul reducerii timpului la circa 30 ore folosind temperatura mediului ambiant (20—22°C), care este mai ușor de menținut constantă.

Scanned with OKEN Scanner

Timpul de maturare depinde de sortimentul pentru care este destinată soluţia de filare. Prin reducerea timpului se poate obţine o viscoză cu capacitate de etirare mai mare, ceea ce este necesar pentru fibra cord şi fibre de mare rezistenţă.

Determinarea maturării soluţiei de filare se face după diferite metode : determinarea indicelui de clorură de amoniu şi clorură de sodiu ; determinarea indicelui de electrolit (reprezintă consumul de soluţie coagulantă, de concentraţie determinată, pentru o cantitate standard de soluţie de filare, care produce precipitarea celulozei).

Verificarea maturării este o metodă curentă de control a fabricaţiei.

Omogenizarea viscozei. Acest proces se realizează în malaxoare orizontale unde se obţine în mod continuu amestecul a 2—4 şarje de dizolvare. Aceste amestecătoare se numesc *mixoare.* La instalaţiile vechi aceste mixoare pot prelua un volum de 10 m^3 soluţie.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila, această omogenizare are loc în aparate de volum mai mare (30 m^3 la sectorul lînă şi 50 m^3 la sectorul tip bumbac), cu un timp de staţionare de 2—4 ore.

Aceste omogenizatoare servesc drept tampon între procesul discontinuu de dizolvare şi procesul continuu de maturare privit în ansamblu.

Prin omogenizare se asigură, deci, continuitatea operaţiei următoare şi o calitate constantă pe loturi mai mari.

În mixor este montat un agitator cu mare eficacitate, care egalizează eventualele diferenţe de compoziţie chimică a diferitelor şarje. Mixorul este prevăzut cu manta dublă pentru răcire sau încălzire, în scopul realizării temperaturii de regim stabilită. Soluţia de viscoză, după timpul reglementar de omogenizare, este extrasă în mod continuu cu pompe şi trecută prin instalaţia de dezaerare, pentru evacuarea preliminară a aerului dispersat în soluţie. Predezaerarea are rolul de a uşura filtrarea soluţiei în fazele următoare. Din mixor soluţia omogenizată este transportată în rezervoarele de maturare.

Filtrarea. De la rezervoarele de maturare soluţia este supusă în continuare, pentru eliminarea impurităţilor, la trei operaţii de filtrare, în mod obişnuit, iar pentru producţii speciale se supune la patru operaţii de filtrare.

Filtrarea se execută în filtre-presă cu plăci şi rame, al căror număr poate fi 20—50 perechi, confecţionate din oţel. Plăcile se îmbracă cu material textil filtrant.

Filtrele-presă cu plăci şi rame sînt avantajoase pentru uşurinţa cu care se îmbracă materialul filtrant. Ramele şi plăcile sînt aşezate

Scanned with OKEN Scanner

pe ghidaje orizontale şi se pot deplasa uşor pe acestea. Plăcile şi ramele se strîng între ele manual sau hidraulic.

Schema de funcţionare a filtrului-presă este reprezentată în fig. 27.

Soluţia de viscoză intră prin conducta inferioară şi se repartizează prin canale în spaţiul ramei, trece prin materialul filtrant

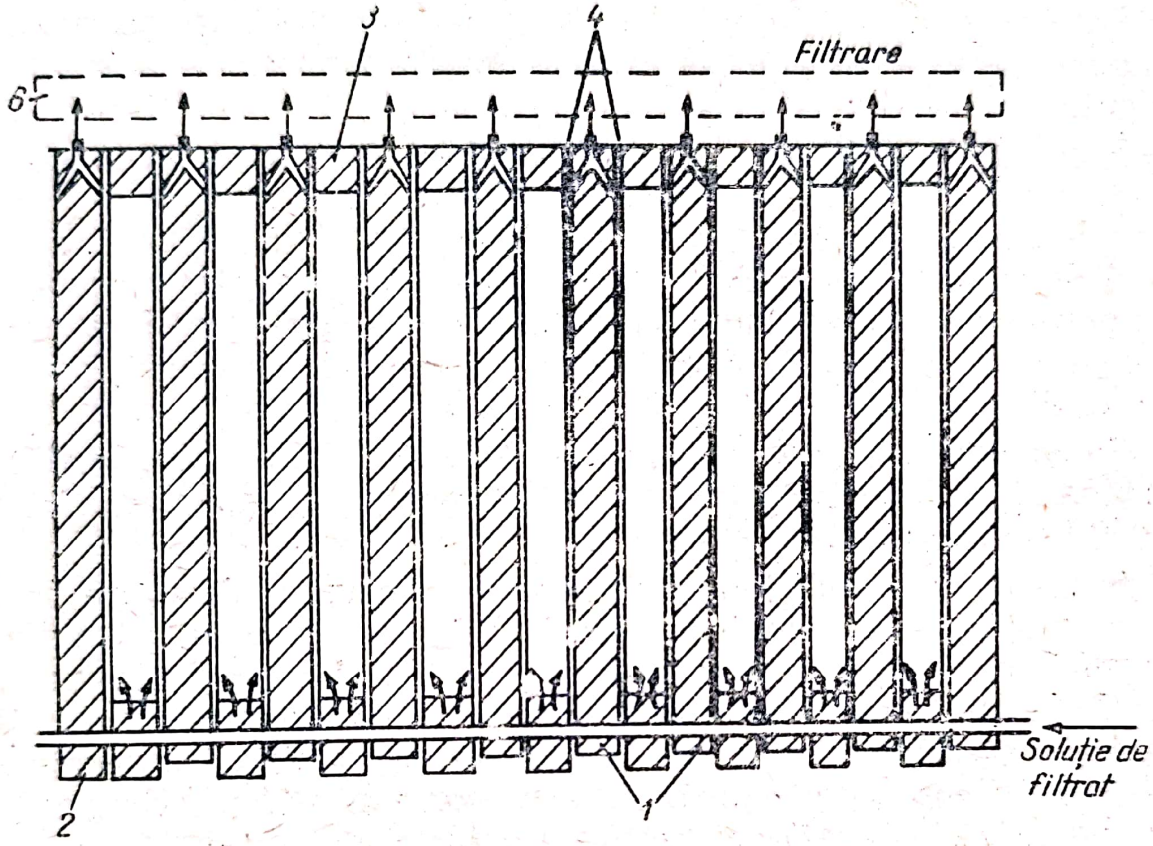


Fig. 27. Schema funcţionării filtrului-presă :
1 — plăci ; *2* — placă finală ; *3* — ramă ; *4* — pînze filtrante ; *5* — conductă de ieşire a soluţiei filtrate.

şi curge de-a lungul suprafeţei rifelate a plăcilor, ieşind prin orificiul superior în conducta de colectare superioară.

Fiecare pereche de plăci vecine, împreună cu rama dintre ele, formează, la strîngerea presei, un spaţiu gol de filtrare, care lucrează independent.

Suprafaţa de filtrare o formează numărul total de elemente multiplicat cu suprafaţa unui element.

După fiecare filtrare, soluţia este trecută în rezervoare intermediare, parcurgînd următorul flux :

Mixor → Rîndul I (rezervoare) → Filtrarea I → Rîndul II (rezervoare) → Filtrarea II →

→ Rîndul III (rezervoare) → Filtrarea III → Rezervoare de dezaerare.

Straturile filtrante folosite sînt din ce în ce mai fine, pentru realizarea treptelor de finețe crescînde, ajungîndu-se în final la o soluție complet liberă de impurități.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila, dezaerarea finală are loc înainte de filtrarea a III-a ; aceasta face posibil ca soluția trecută prin filtrarea a III-a să fie direct transportată la mașinile de filat cu ajutorul unor pompe reglabile.

Este recomandabilă folosirea filtrelor din țesături poliamidice, pentru calitatea filtrării și pentru rezistența lor la presiune și spălare.

Presiunea de filtrare se realizează cu aer comprimat sau cu pompe cu roți dințate, lucrîndu-se în medie la 4 at.

Schimbarea filtrelor depinde mult de calitatea celulozei, a soluției și de pînzele folosite. Schimbările repetate nu sînt recomandabile, atît pentru manipulări și consum de pînze, cît mai ales pentru pierderile de soluție de filare rămasă pe pînze, care nu poate fi recuperată.

Se consideră normal un consum de 5 m^2/10 000 l soluție filtrată la filtrul I, 2,5 m^2/10 000 l soluție filtrată la filtrul II și 1,5 m^2/ /10 000 l soluție filtrată la filtrul III.

În cazul unor deficiențe tehnologice, consumul de pînze de filtru se poate ridica foarte mult. Pînzele filtrante se recuperează prin spălare în mașini rotative cu apă caldă și rece și sînt reutilizate după un control prealabil asupra stării țesăturii (colmatări, plesniri etc.). Prin aceasta se realizează economicitatea procesului de filtrare. Pentru un material filtrant constant, timpul dintre două schimbări de filtre măsoară calitatea soluției de filare.

Înfundarea filtrului este observată prin creșterea presiunii și indică necesitatea schimbării materialului filtrant.

Dezaerarea. Aceasta este operația prin care se îndepărtează bulele de aer din soluție. Această operație este deosebit de importantă, întrucît prezența aerului produce pori în filamente la filarea soluției, reducînd rezistența și capacitatea de vopsire.

La unitățile vechi, dezaerarea se face în rezervoare de filat verticale, după filtrarea a III-a, sub vid de 500 mm Hg, timp de 16—22 h.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila, dezaerarea se execută tot sub vid, înainte de filtrarea a III-a, în proces continuu, în peliculă.

Aparatele de dezaerare sînt montate în serie și menținute la temperatură constantă. Menținerea vidului este controlată automat cu înregistrare, lucrîndu-se în final la un vid de 20—30 mm Hg. Prin scurgere liberă, soluția trece continuu în strat subțire sub

Scanned with OKEN Scanner

formă de peliculă, pe peretele interior al unui cilindru. Se realizează o dezaerare bună.

Nu este permisă mărirea vitezei de filtrare în dauna calității filtrării (micșorarea straturilor filtrante, contextura etc.).

Nu este permisă staționarea soluției în locuri fără mișcare, coturi, fisuri, antrenări de apă etc., care duc la formare de pelicule, rezultînd soluții de diferite maturări, care coagulează și cu timpul pot fi antrenate de soluția normală, blocînd filtrele și filierele.

Matisarea. Soluția obținută prin tehnologia descrisă duce la fire și fibre cu aspect lucios-strident, ceea ce nu este corespunzător pentru toate utilizările. Pentru a elimina transparența și luciul fibrelor regenerate, se aplică operația de matisare înainte de filare. Aceasta se realizează prin dispersarea în masa soluției de viscoză a unei suspensii de bioxid de titan de granulație maximă 1 μm.

Dispersarea bioxidului de titan se poate efectua prin mai multe procedee :

— introducerea directă în viscoză a unui pigment preparat cu emulgator și bioxid de titan ; se aplică în șarje discontinue și după amestecarea într-un mixor de matisare se filtrează și se transportă în rezervorul pentru soluția de filare (Luxantol) ;

— se prepară o suspensie de bioxid de titan cu diferiți emulgatori care se aplică în același mod în șarje discontinue.

Aplicarea matisării în proces continuu se folosește la Combinatul de fibre artificiale Brăila, introducîndu-se soluția matisantă înainte de filare, după principiul următor. Se prepară o suspensie de bioxid de titan în hidroxid de sodiu de 6,5% și se menține sub agitare. Această soluție se dozează în paralel cu soluția de filare, într-un raport constant, cu ajutorul unei pompe dozatoare pentru ambele componente. În continuare, amestecul trece printr-un omogenizator rapid, de unde soluția mată este trecută la filare. Conținutul de bioxid de titan din soluție este de 0,8—1,2% față de α-celuloză și se regăsește total în fibre. Gradul de mat poate fi diferit, după conținutul de bioxid de titan stabilit (în mat, semimat), efectul maxim fiind cam la 2% TiO_2.

Matisarea poate fi considerată o vopsire în masă de culoare albă. În mod similar, se pregătesc soluțiile de viscoză cu pigmenți coloraţi pentru obținerea directă a fibrelor vopsite.

La Combinatul de fibre artificiale, instalația de matisare se folosește și pentru vopsirea în masă.

Prepararea și regenerarea leșiilor. Stația de leșii este o anexă în care se pregătesc soluțiile concentrate de hidroxid de sodiu, soluțiile de mercerizare și dizolvare, de concentrație exactă pentru

Scanned with OKEN Scanner

fazele de fabricaţie şi unde are loc regenerarea soluţiilor recirculate din diferitele faze ale preparării chimice.

Pentru prepararea soluţiilor sînt necesare următoarele operaţii :

— dizolvarea hidroxidului de sodiu solid (dacă este cazul) ;

— prepararea soluţiei de mercerizare şi de dizolvare a xantogenatului ;

— decantarea şi filtrarea impurităţilor ;

— regenerarea leşiilor de presare impure.

Este o secţie foarte importantă, bine utilată cu rezervoare pentru toate categoriile de leşii (concentrată, de mercerizare, de scurgere, de presare), pompe centrifuge pentru transport şi agitare şi aparate pentru regenerarea soluţiei impure numite *dializoare.*

Prepararea soluţiei concentrate. Soluţia concentrată de hidroxid de sodiu trebuie să conţină 400—500 g/l.

În cazul folosirii hidroxidului de sodiu lichid, ceea ce se obişnuieşte în prezent, nu mai este necesară operaţia de dizolvare.

Folosirea hidroxidului de sodiu solid presupune o instalaţie specială de dizolvare. Din soluţia concentrată se prepară celelalte leşii.

Leşia de mercerizare trebuie să conţină 18% NaOH. Pentru economicitatea procesului, se prepară din leşia de scurgere provenită de la alcali-celuloză, dacă conţinutul de hemiceluloză nu este prea mare şi se aduce la concentraţia necesară. La prepararea leşiei de mercerizare se mai foloseşte leşie regenerată, uneori şi apă.

Rezervoarele de leşie, cu un volum de 30—100 m^3, sînt aşezate vertical şi prevăzute cu fund conic pentru decantarea impurităţilor.

Regenerarea leşiilor prin dializă. Dializa este o metodă fizică de purificare a substanţelor perfect dizolvate, de substanţele coloidale, care se bazează pe fenomenul, cunoscut, de osmoză prin membrană.

O soluţie conţinînd hidroxid de sodiu dizolvat şi hemiceluloze va permite prin osmoză difuziunea hidroxidului printr-o membrană care este impermeabilă pentru hemiceluloze, făcîndu-se astfel separarea lor.

Fenomenul se numeşte *dializă,* iar aparatul în care se poate realiza această operaţie în proces continuu se numeşte *dializor.* Dializoarele folosite în fabricile de viscoză în ţara noastră sînt de tip Cerini.

De mare importanţă pentru buna funcţionare a unui dializor Cerini este prepararea membranei pentru dializă.

Aceasta este de obicei o pînză de bumbac groasă, tip foaie de cort, numită „filtru Cerini".

Scanned with OKEN Scanner

Pînza se impregnează cu săruri de magneziu insolubile în apă, care trebuie să acopere complet ochiurile pînzei. Pentru o bună eficacitate este necesară o încărcare de 50% greut. săruri de magneziu.

Un vas de dizolvare se compune dintr-o cuvă paralelipipedică de oțel care are în interior o serie de rame cu site metalice îmbrăcate cu saci din pînză de dializă.

Împletitura sitei metalice este făcută în așa fel încît să asigure o distanță între pereții sacului. Această sită metalică trebuie să fie confecționată, jumătate de lungime din oțel, pentru a rezista în partea concentrată în hidroxid și cealaltă parte din nichel pentru a rezista în mediu apos.

După îmbrăcarea completă a sitelor și fixarea sacilor la elementele de legătură, prima operație este impregnarea sacilor pentru realizarea membranei de dializă, operație de bază pentru buna funcționare a aparatului.

Dializorul se umple cu soluție de clorură de magneziu de 19—20%, menținîndu-se pentru impregnare timp de 24—48 ore, după care se golește soluția de clorură de magneziu într-un rezervor betonat pentru păstrare.

Se introduce apoi hidroxid de sodiu de 20—25%, cu formarea pe pînză a hidroxidului de magneziu care reprezintă membrana semipermeabilă de dializă. După golirea leșiei se lasă în repaos pentru stabilizarea membranei. Se introduce apoi leșia de presare în aparat și începe dializa. Această operație are loc în felul următor :

— în cuva dializorului se introduce în mod continuu leșia de presare și în interiorul sacilor apă demineralizată, creîndu-se astfel un curent de difuziune din afară în interior, care conține hidroxidul de sodiu diluat cu apa de alimentare din sac. Rezultă o leșie regenerată, de o concentrație mai mică și eliberată aproape total de hemiceluloze, care este dirijată separat în mod continuu, și o leșie foarte diluată, care conține hemicelulozele, numită *leșie de canal*. Densitatea soluției regenerată în saci crește prin mărirea concentrației spre fundul sacului, de unde se face evacuarea.

În fig. 28 se poate vedea principiul de funcționare al unui element de dializă.

Parametrii principali care se urmăresc pentru o bună funcționare a dializoarelor sînt :

— debitele pentru leșia de presare, pentru apă și pentru leșie regenerată ;

Scanned with OKEN Scanner

— conţinutul în hemiceluloză din leşia regenerată şi din leşia de canal ;

— concentraţia leşiei regenerate care trebuie să fie cît mai mare, de obicei pînă la 100 g/l, şi concentraţia leşiei de canal care trebuie să fie cît mai mică pentru reducerea pierderilor de sodă.

Nu este permisă reducerea concentraţiei în leşia de canal sub 4—5 g/l, întrucît se precipită hemicelulozele şi înfundă tuburile de legătură, conductele etc.

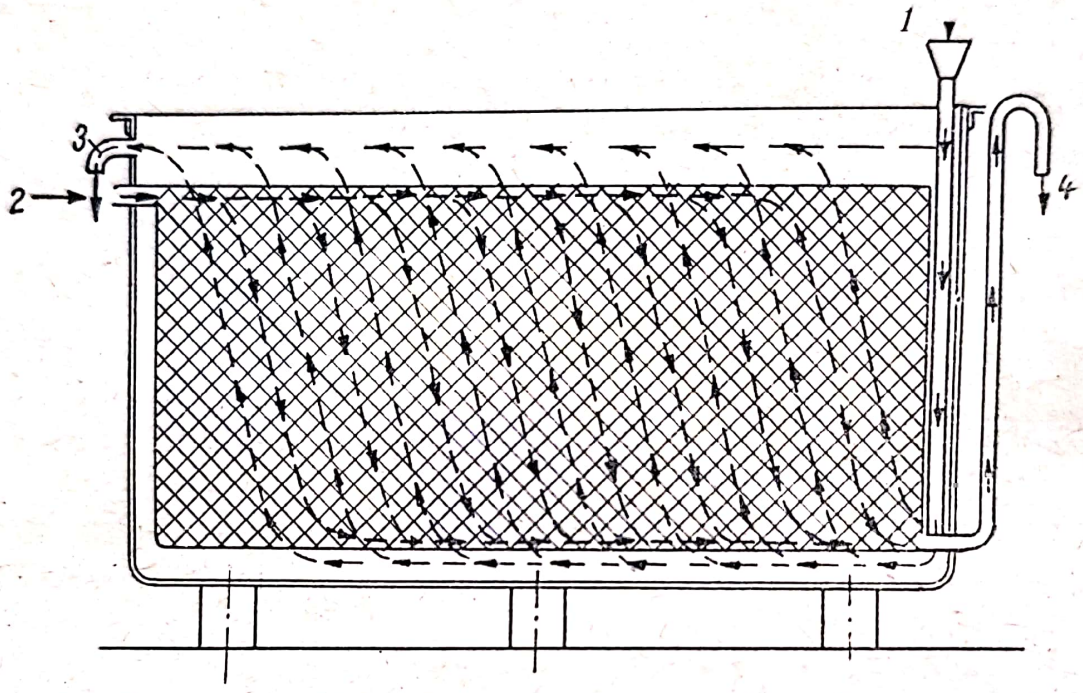


Fig. 28. Modul de funcţionare a unui element de dializă :
1 — intrarea leşiei de presare ; *2* — intrarea apei ; *3* — scurgerea leşiei la canal ; *4* — ieşirea leşiei regenerate.

Temperatura de dializă trebuie să se menţină constantă.

Reducerea temperaturii apei micşorează capacitatea de dializă şi favorizează precipitările.

Dacă în timpul funcţionării se constată saci sparţi, se blochează aparatul. După o perioadă de 12—18 luni, prin degradarea pînzelor este necesară oprirea, curăţirea şi revizia aparatului, cu înlocuirea completă a sacilor.

Buna funcţionare a dializoarelor se constată după aspectul leşiei regenerate, care trebuie să fie limpede şi incoloră, iar leşia de canal galbenă, tulbure.

Se efectuează controlul permanent al debitelor şi analize de laborator pentru fiecare aparat în parte, periodic, determinîndu-se conţinutul în alcalii şi hemiceluloze pentru cele trei tipuri de leşii

Scanned with OKEN Scanner

Valorile medii de lucru sînt :

	Leşie de presare	Leşie regenerată	Leşie de canal
NaOH, g/l	205—207	70—100	10—20
Hemiceluloze, g/l	18— 20	0,1—0,5	25—30

Randamentul unui dializor calculat în hidroxid de sodiu 100% regenerat, la o funcţionare normală, trebuie să fie de minimum 90%.

Numărul aparatelor se calculează după volumul leşiei de purificat.

În tehnica actuală pînza impregnată este înlocuită cu membrane sintetice (vinapes) care dau la dializă randament dublu.

Dezvoltările realizate pe platformele Suceava, Dej, Brăila prevăd pentru preparaţie chimică utilajele cele mai noi, de mare productivitate pentru toate operaţiile.

2. TEHNOLOGIA FILĂRII FIBRELOR CELULOZICE

Fibrele de viscoză se formează numai prin metoda filării umedă şi se realizează prin reacţia dintre viscoză şi agenţii care provoacă coagularea xantogenatului de celuloză din soluţie şi saponificarea lui ulterioară.

Aceste procese pot decurge simultan, şi în acest caz se foloseşte o singură baie de filare, sau separat, şi atunci se folosesc două băi succesive de compoziţii distincte. Principalul component al băii de coagulare care produce saponificarea xantogenatului de celuloză este acidul mineral (acidul sulfuric).

Reacţia principală la formarea fibrei este :

$$\begin{matrix} \diagup O-\text{rest celulozic} \\ C=S \\ \diagdown SNa \end{matrix} + H_2SO_4 \rightarrow NaHSO_4 + CS_2 + \text{rest celulozic} \cdot OH$$

Prin reacţia dintre viscoză şi acidul sulfuric are loc, odată cu saponificarea xantogenatului de celuloză, şi neutralizarea hidroxidului de sodiu, precum şi descompunerea produselor secundare. Aceste reacţii pot fi reprezentate prin următoarele ecuaţii :

$$2NaOH + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + 2H_2O$$
$$Na_2CS_3 + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2S + CS_2$$
$$Na_2S + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2S + (x-1)S$$
$$Na_2S_2O_3 + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2O + SO_2 + S$$
$$Na_2S + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2S$$
$$Na_2SO_3 + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2O + SO_2$$

Scanned with OKEN Scanner

La procedeul de lucru într-o singură baie, ca urmare a acestor reacții, se formează în baia de filare, în mod continuu, sulfat de sodiu, sulf molecular și se degajă sulfură de carbon, hidrogen sulfurat și bioxid de sulf.

În cazul utilizării, la formarea fibrei, a două băi de filare compoziția celor două băi este diferită, în prima baie folosindu-se substanțe (săruri) care provoacă numai coagularea xantogenatului (sulfat de sodiu, sulfat de amoniu, clorură de amoniu etc.), după care urmează o baie acidă care produce saponificarea xantogenatului. Acest procedeu pune probleme tehnologice importante pentru aplicare industrială.

La formarea fibrei în baia de filare în paralel, cu fenomenele fizico-chimice explicate mai înainte se petrec și fenomene de difuziune în ambele sensuri (din fir în baie și din baie în fir).

Corelarea justă între viteza de reacție și viteza de difuziune determină starea de structură a fibrei.

În zona imediat vecină cu soluția acidă se formează o peliculă de celuloză-hidrat pe suprafața fibrei. Fibra formată trebuie să fie întinsă, între „punctul de formare și punctul de preluare", pentru a primi „orientare", absolut necesară pentru obținerea de caracteristici fizico-mecanice normale.

Pentru a se obține un fir omogen din punctul de vedere al structurii, trebuie ca saponificarea xantogenatului să decurgă cu viteză mică. Acest procedeu este aplicat în diferite variante, care au dus astăzi la procedee industriale de obținere a fibrelor speciale cu caractedistici îmbunătățite.

Formarea fibrei în condiții moderate cu reglarea vitezei de saponificare și de difuziune face posibilă aplicarea etirării. Prin etirare (orientarea macromoleculelor), toate proprietățile fibrelor sînt îmbunătățite, ducînd la tipuri de fibre cu proprietăți superioare.

Pentru fibrele normale ameliorarea diferențelor de viteze la filare, pentru uniformitatea structurii, se realizează prin prezența în baie a substanțelor care pot acționa asupra vitezei de saponificare și care pot încetini disocierea acidului sulfuric.

Pentru aceasta, în mod curent, se folosesc în baia de filare adaosuri de săruri ca : sulfat de sodiu, sulfat de zinc, sulfat de magneziu etc.

Filarea în băi acide simple duce la fibre aspre cu proprietăți fizico-mecanice mai slabe. Baia cu trei componente se folosește aproape curent în toată lumea ; adaosul de sulfat de zinc mărește flexibilitatea și suplețea fibrei.

Scanned with OKEN Scanner

Filarea firului viscoză. Procesul de filare se realizează pe mașini de filat care, în general, se compun din mai multe locuri de filare identice (50—200).

Un loc de filare, după tehnica generală de filare, trebuie să cuprindă următoarele elemente : pompeta de alimentare cu soluție de viscoză, filtru-lumînare pentru reținerea impurităților din soluție, filiera prin care se dă forma filamentelor în baia de coagulare și dispozitivul de preluare a firului.

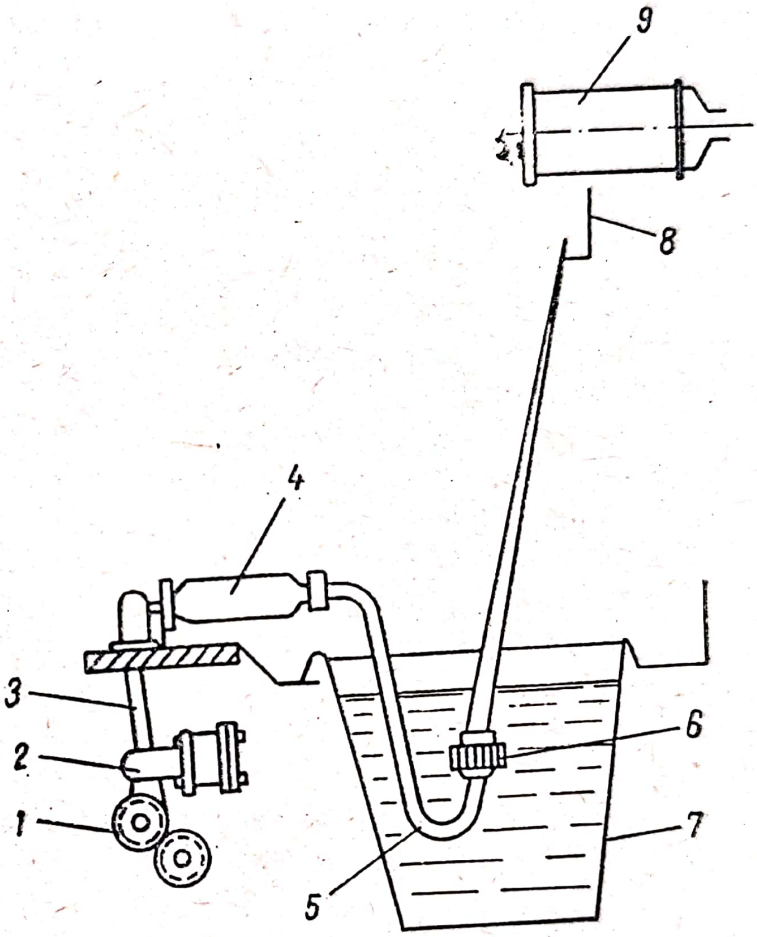


Fig. 29. Schema principală a unui loc de filare :

1 — conducta de viscoză ; *2* — pompeta dozatoare ; *3* — gît de lebădă ; *4* — filtru-lumînare ; *5* — pipă ; *6* — filieră ; *7* — cuva mașinii ; *8* — conducător de fir ; *9* — dispozitiv de prelucrare a firuiui.

În fig. 29 sînt reprezentate elementele unui loc de filare și modul de funcționare.

Pompeta preia soluția din conducta de filare, o filtrează prin filtru-lumînare și o trece printr-o pipă la capătul căreia este montată filiera cufundată în baia de filare care circulă în cuva mașinii. Cantitatea de soluție debitată de pompetă corespunde titlului care este necesar să se obțină. Soluția este deci presată prin filieră, de unde la contactul cu baia primește forma de filamente care se colectează în mănunchi și este preluată de conducătorul de fir și depusă pe bobina de antrenare montată pe un suport.

Modul de aplicare a acestui principiu este puțin diferit, după tipul constructiv al mașinii și după sortimentul care se produce.

Scanned with OKEN Scanner

După dispozitivul de colectare a firului se deosebește *filarea pe bobine perforate*, de obicei bobine de aluminiu, și *filarea cu oale centrifuge* (numite centrifuge de filare).

Parametrii principali ai procesului de filare. Parametrii principali care influențează filarea sînt : viteza de filare, temperatura băii de filare, compoziția băii de filare, lungimea de imersie a firului în baie, viteza de circulație a băii, finețea filamentului și a firului total, compoziția și caracteristicile fizico-chimice ale soluției de viscoză care se supune filării. Valorile optime pentru fiecare din acești parametri se stabilesc pentru fiecare tip de fibră, după specificul procesului și sortimentele filate.

— *Compoziția băii de filare,* după cum s-a arătat, constă din : acid sulfuric, sulfat de sodiu și sulfat de zinc. Concentrațiile acestor componente diferă de la un proces la altul, fiind stabilite în funcție de toți factorii, în sensul explicat mai înainte.

Păstrarea constantă a concentrației este obligatorie și, fiind o fază importantă a fabricației, se controlează prin analize de laborator toate componentele la intervalele de 1/2—1 oră. De asemenea, se verifică gradul de limpezire întrucît prin saponificarea xantogenatului se formează o pulbere portocalie de sulf și sulfuri care produc tulburarea băii. Pentru limpezire, în procedeele moderne se adaugă substanțe chimice care separă acești compuși (sulfat de lauril-piridină). Concentrația acidului sulfuric din baie trebuie să fie cu atît mai mare cu cît parcursul firului în baie este mai scurt, cu cît viteza de filare este mai mare și concentrația în hidroxid de sodiu din viscoză este mai mare (maturare mai mică, adică o viscoză mai stabilă) și cu cît firul este mai gros.

Sulfatul de sodiu se formează în mod continuu prin neutralizarea alcaliilor și, de obicei, nu se adaugă în plus. Compoziția obișnuită a băii de filare este : 125—140 g/l H_2SO_4 ; 260—300 g/l Na_2SO_4 ; 10—20 g/l $ZnSO_4$ (uneori chiar pînă la 40 g/l).

În cazul în care procesul de filare este însoțit de etirare, concentrația băii este diferită ; pentru reducerea vitezei de saponificare se reduce concentrația în acid sulfuric și se adaugă modificatori chimic pentru mărirea stării de plasticitate a firului format.

Nu este permisă modificarea arbitrară a uneia din aceste valori de către cei care deservesc mașina de filat.

Viteza de filare, în cazul mașinii cu bobine, are în mod obișnuit valoarea de 65—90 m/min. La viteze prea mari apar unele dezavantaje ca : pierderi prea mari în baie prin stropire datorită creșterii vitezei de înfășurare și timp mai scurt de staționare în baie, ceea ce micșorează viteza de saponificare a xantogenatului. Există posibilități de ameliorare a acestor deficiențe, totuși, chiar

Scanned with OKEN Scanner

la procedeele moderne, pentru menajarea structurii, lucrîndu-se cu viteze mici, în special acolo unde se aplică un proces de etirare. La mașinile de colectare centrifugă, vitezele sînt mai mici (60—75 m/min), iar la mașinile continue, care execută într-o parte filarea și în cealaltă finisare, uscarea și răsucirea, vitezele sînt și mai mici (40—60 m/min).

— *Temperatura de filare* obișnuită pentru fire continue și celofibră este 42—50°C. Pentru viscoze speciale se aplică procedee de filare la temperaturi joase (20—25°C), corelate cu alți factori ai întregului proces, în scopul îmbunătățirii unor proprietăți.

— *Viteza de circulație a băii* este de mare importanță și trebuie să asigure omogenitatea perfectă a concentrației pentru fiecare filieră. Soluția fiind continuu în circulație, este corectată în instalația de concentrare și regenerare a băii de acid.

Pentru filiere mici, viteza de circulație a băii este obișnuit 30—50 l/filieră·oră, iar la filierele mari de la celofibră, cu 8 000 orificii, se lucrează cu viteză de 10—20 l/filieră·min, proporțional cu cantitatea de viscoză filată.

— *Întinderea la filieră* (definită în cap. III) este influențată de cantitatea de viscoză debitată pe unitate de timp, de numărul de orificii și diametru lor. Se lucrează, de obicei, cu o valoare aproapiată de zero, obținîndu-se rezultate bune.

— *Imersia firului în baie* depinde de construcția mașinii și de finețea firului filat. În mod obișnuit se lucrează la o imersie de 20—40 cm, cu un timp de contact cu baia de 0,1—0,2 s. Odată cu creșterea grosimii firului filat și numărului de orificii, lungimea de imersie se mărește pînă la 100 cm și chiar mai mult.

În practică, aceasta se realizează prin distribuirea diferită a filierelor și așezarea lor. Se folosește filarea pe verticală și filarea pe orizontală în care caz se pot obține lungimi mari de imersie.

Se extinde filarea verticală, pentru calitate.

— *Compoziția și proprietățile soluției de viscoză.* Indicele de maturare al viscozei pentru filare este cea mai importantă valoare pentru a se păstra constante condițiile de formare și proprietățile fibrei. Pentru aceasta trebuie să se evite staționarea soluției în conducte și rezervoare, întrucît se produc gelificări și pelicule care îngreuiază filarea. De asemenea, soluțiile cu viscozitate mică au filabilitate scăzută, iar cele cu viscozitate prea mare nu se pot fila. Concentrația în celuloză, alcalinitatea și cantitatea de produse secundare influențează, de asemenea, condițiile fizico-chimice de formare a fibrei. Pentru aceste considerente este obligatoriu controlul de laborator al compoziei chimice a soluției de filare.

Scanned with OKEN Scanner

Tehnologia filării firelor continui. Firele continui care se obţin din viscoză sînt : mătasea pentru scopuri textile şi firele cord, alcătuite dintr-un număr de filamente răsucite împreună. Numărul de filamente creşte cu grosimea firului.

Firele de mătase pot fi 60—300 den, cel mai obişnuit fiind firul de 100/40 cu fineţea fibrilei de 2,5 den. După aspect se produc fire de mătase lucioase sau mate, conţinînd pigmenţi de bioxid de titan în compoziţia firului, sau vopsite în masă, în diferite culori.

Firele de cord din viscoză se filează lucioase. În cantităţi mici se mai pot produce, pentru diferite scopuri, fire monofilamentare (înlocuitor de păr de cal) şi paie artificiale pentru împletituri şi pălării.

Filarea firelor de mătase se poate aplica industrial, în funcţie de maşina de filat folosită, în trei noduri :

— pe maşini de filat cu bobine, procedeu aplicat la fabricile „Viscofil“ Bucureşti şi „Viscoza“ Lupeni ;

— pe maşini de filat centrifuge ;

— pe maşini de filat continue.

Maşina de filat cu bobine. Este reprezentată schematic în secţiune în fig. 30.

Firul care iese din filieră peste role de ghidare se depune cu ajutorul unui conducător pe bobine de aluminiu în mişcare. La unele maşini, depunerea se face direct de către conducătorul de fir.

Maşina este alcătuită dintr-un schelet metalic care susţine băile de filare amenajate de ambele părţi ale maşinii. Datorită mediului acid puternic corosiv, toate părţile maşinii în contact cu baia sînt protejate cu tablă de plumb, în cazul unităţilor vechi, şi cu PVC (policlorură de vinil) în cazul unităţilor noi.

Folosirea PVC-ului în industria viscozei a uşurat mult lucrul, cantităţile de plumb şi manopera pentru întreţinerea maşinilor căptuşite cu plumb fiind foarte mult reduse, iar la ora actuală se extinde polipropilena.

Tot din motive de coroziune se folosesc, la maşina de filat, diferite piese din bachelită ca : monturi pentru filiere, suporturi pentru bobinele de filat, role de ghidaj sau de etirare etc.

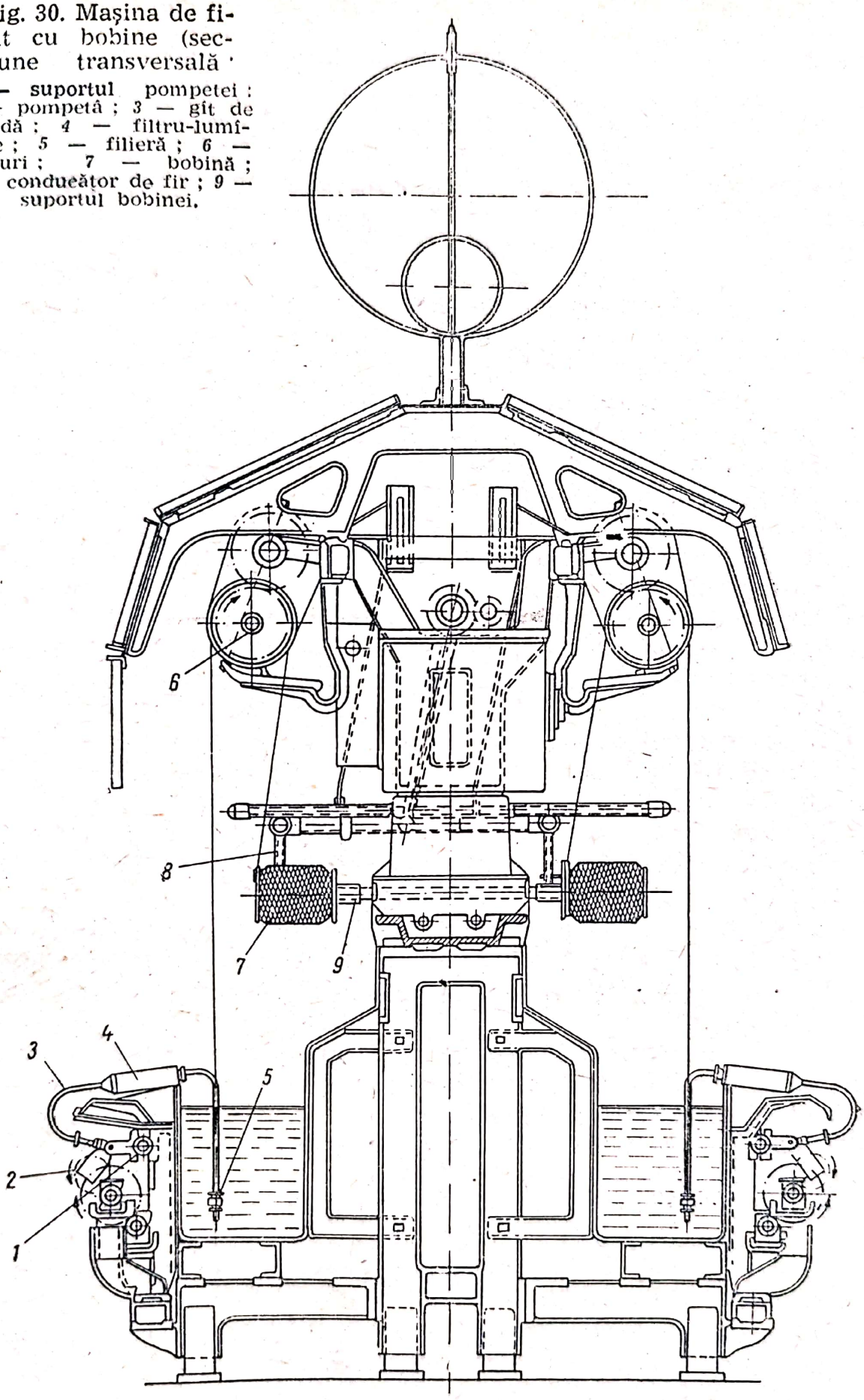
Conducta de viscoză şi axul cu pompete sînt montate la partea inferioară, de-a lungul maşinii.

Pentru a se evita răspîndirea în mediul înconjurător a gazelor toxice evacuate, conform reacţiilor explicate mai înainte, maşinile de filat sînt, în general, acoperite cu geamuri care permit intervenţiile necesare şi prin ventilaţia aplicată la partea superioară a maşinii, în mod continuu sînt evacuate în aer prin coşuri care le împrăştie în atmosferă pînă la 150 m înălţime.

Scanned with OKEN Scanner

Fig. 30. Maşina de filat cu bobine (secţiune transversală '

1 — suportul pompetei ; *2* — pompetă ; *3* — gît de febădă ; *4* — filtru-lumînare ; *5* — filieră ; *6* — discuri ; *7* — bobină ; *8* — conducător de fir ; *9* — suportul bobinei.



Scanned with OKEN Scanner

Numărul locurilor de filare depinde de construcţia maşinii. Numărul de bobine este dublu decît al locurilor de filare, pentru a se crea o rezervă pentru depunerea firului în momentul cînd s-a încărcat primul rînd de bobine la greutatea prescrisă (200 g) şi trebuie schimbate. În apropierea momentului de schimbare se pornesc bobinele de rezervă şi se trece pe rînd, manual, firul, prin intermediul aceluiaşi conducător pe bobinele de rezervă.

După ce s-au trecut toate firele, se opreşte mişcarea bobinelor pline, se scot de pe suporturile maşinii cu ajutorul unui dispozitiv şi se depun pe cărucioare pentru a fi transportate la faza următoare.

În timpul filării, diametrul bobinei creşte prin depunerea firului, proporţional cu timpul de filare ; de aceea, pentru menţinerea constantă a vitezei de filare, care nu poate fi modificată, este necesar ca turaţia bobinelor să scadă proporţional cu creşterea diametrului. Această modificare a turaţiei bobinelor se realizează cu bune rezultate printr-un ssitem de conoizi la capul de comandă al maşinii, de unde este asigurată şi mişcarea axului cu pompete, mişcarea suporturilor de bobine şi mişcarea conducătorilor de fir.

Timpul de filare este mai scurt la fire groase şi mai lung la fire subţiri, de aceea productivitatea maşinii creşte cu grosimea firului.

Procesul continuu de filare aplicat în ţara noastră la Combinatul de fibre artificiale Brăila, pentru fire cord va fi descris separat.

Operatorul care supraveghează şi lucrează la maşina de filat trebuie să urmărească toate aspectele şi în mod special următoarele :

— montarea corectă a filierelor şi numai a celor corespunzătoare ; la intervale de timp, se controlează cu o pană specială de cauciuc, starea filierelor în timpul filării observîndu-se înfundările orificiilor ;

— montarea corectă a pompetelor (numai după verificarea acestora) în atelierul de pompete al secţiei ; folosirea pompetelor degradate duce la fire filate cu titlu fals ;

— verificarea vitezei de circulaţie a băii, observînd intrarea şi ieşirea băii la toate locurile ;

— verificarea temperaturii de filare ;

— observarea stării conducătorilor de fir şi modul corect de depunere a firului pe bobină, pentru a nu se produce degradarea firului în operaţiile următoare ;

— verificarea calitativă a bobinelor prin : verificarea vitezei de filare reală faţă de cea stabilită, observarea gradului de umflare

Scanned with OKEN Scanner

a bobinelor în timpul filării. Este posibilă antrenarea de aer din conductă sau folosirea dintr-un acident a viscozei conținînd bule de aer, ceea ce la filare conduce la fire foarte umflate cu rezistență scăzută, avînd structura cavitară ;

— se urmărește respectarea programului de luare a probelor pentru analize, pentru laborator, și verificarea concordanței valorilor cu parametrii stabiliți.

La capul mașinii se înscrie pe o tablă parametrii de lucru ai mașinii. Se vor lua măsuri speciale pentru a nu se produce încurcături la schimbarea procesului de filare de la un sortiment la altul de fire.

În final se marchează fiecare sortiment un un fir colorat prins de ultimele straturi de fir înfășurat pe bobină, înainte de oprirea filării.

Mașina de filare continuă cu cilindri (pentru fire-mătase). Dezvoltarea producției de fire viscoză a fost extinsă în țara noastră la capacități importante, pentru eliminarea deficitului intern la acest tip de fire, pe platformele : „Viscofil“ Popești-Leordeni ; CFA-Brăila și IFA „Viscoza“ — Lupeni.

Noile obiective au fost dotate cu mașini de filare de un tip nou și complex din punct de vedere tehnic care au fost construite în țară la uzinele „Unirea“ Cluj.

Capacitățile și gama sortimentală prevăzute prin profilul acestor unități au necesitat un număr de mașini neobișnuit de mare în această fabricație, pentru care specialiștii industriei de mașini au depus eforturi remarcabile.

Comparativ cu mașina de filare clasică discontinuă, noul tip de mașină de filare execută succesiv toate operațiile pe un singur agregat în proces continuu, ceea ce impune operatorilor multă dexteritate și cunoștințe profesionale.

Prin tehnologia specifică procesului continuu se elimină o serie de operații, care se executau separat cu multă manoperă, asigurîndu-se în același timp o calitate superioară, în primul rînd prin gradul de uniformitate al producției.

Aceste considerente tehnico-economice au determinat orientarea specialiștilor spre realizarea unei mașini care să permită desfășurarea continuă a acestui proces.

Sînt cunoscute azi mai multe tipuri de mașini de filare-continuă pentru viscoză.

În continuare se descrie mașina continuă FCV-Unirea Cluj, care este cea mai evoluată la ora actuală și care reprezintă în momentul de față cea mai mare parte a dotării unităților de specialitate din R. S. România.

Scanned with OKEN Scanner

Mașina de filare tip FCV este construită pentru a executa pe o parte filajul propriu-zis, iar în partea opusă operația de răsucire și depunere a firului finit pe copsuri.

Fiecare mașină este dotată cu 60 posturi de filare. Poate funcționa cu viteze reglabile între 60—130 m/min pentru fire de 60 den-300 den.

Perpendicular pe axul mașinii de filat sînt montați, pentru fiecare post, doi cilindri cu sistem propriu de antrenare, pe care se transportă continuu firul după principiul valțurilor încrucișate.

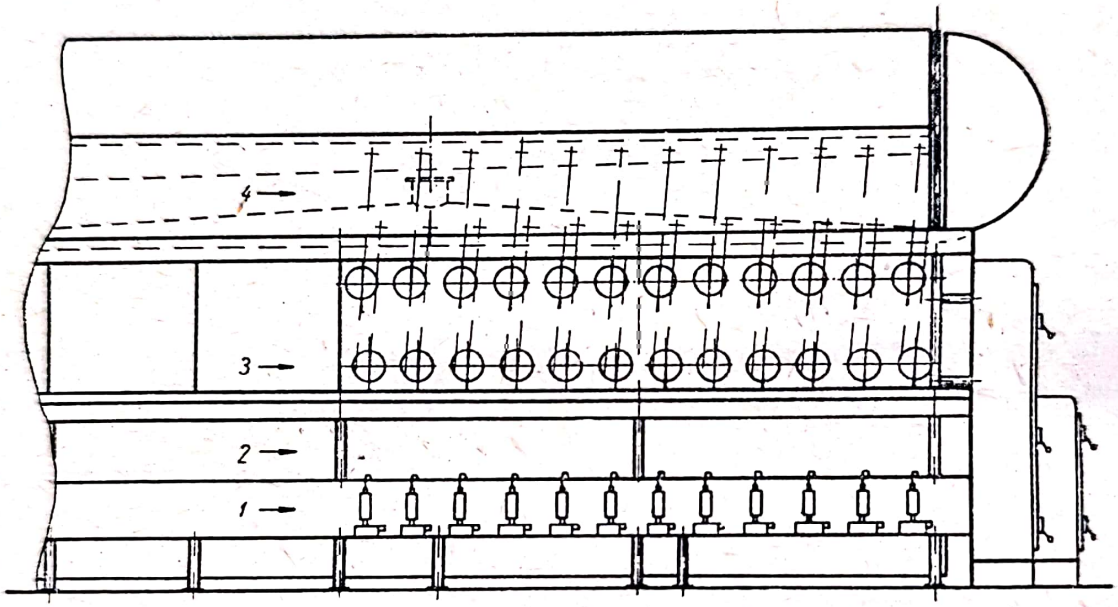


Fig. 31 :
1 — linia pompetelor ; *2* — baia de coagulare ; *3* — linia cilindrilor de tratare ; *4* — ventilație.

Unghiul foarte mic pe care-l formează cu doi cilindri între ei și vitezele sînt astfel calculate încît permit autoînaintarea firului sub formă de spire pe toată generatoarea.

În zona cilindrilor, la trecerea firului pe diferite porțiuni, se execută succesiv : spălarea, tratarea și uscarea.

În fig. 31 se prezintă aspectul schematic a unui modul din mașina FCV de filare, pe paratea care execută filarea. Se poate vedea așezarea pompetelor și filtrelor pentru fiecare post de filare și tubul care intră în baia de filare (linia *1*), în zona *2*-a este prezentată baia de filare, unde sînt amplasate filierele.

La ieșirea din filare, firele în stare plastică sînt etirate pînă la 15%, pe galeți speciali.

Scanned with OKEN Scanner

Așezarea perechilor de cilindri de tratare se poate urmări în zona *3* ; la partea superioară a mașinii (zona *4*) se evacuează gazele rezultate din procesul de descompunere în timpul filajului.

Formarea firului are loc după principiul general al fabricării viscozei, cu mențiunea că se impune o existență a parametrilor fizico-chimice ai viscozei și băii de filare strict controlată prin analize de laborator.

Viscoza de filare se transportă cu ajutorul unei pompe în conducta principală de filare de unde prin intermediul pompetelor se dozează spre filieră, la debitul calculat pentru asigurarea finețiii firului.

În drumul spre filieră, soluția este în prealabil filtrată prin „filtre-lumînare" pentru reținerea ultimelor impurități. Filiera, prin intermediul unei monturi speciale, este fixată la capătul tubului care se scufundă în baia de coagulare la o adîncime de imersie calculată. Baia de filare este recirculată, corectată continuu, pentru menținerea concentrației și trebuie să asigure un volum bine calculat pe filieră și oră.

Viscoza debitată prin filieră, la contactul cu baia, se transformă în fir, cu un număr de filamente egal cu orificiile filierei, ca urmare a unui proces de coagulare și descompunere în baia de filare acidă, obținîndu-se „hidrat-celuloză" sau celuloză regenerată sub formă de fir.

Perechea de cilindri transportă firul format pînă la dispozitivul de răsucire, în partea opusă a mașinii.

Pe parcurs, prin stropirea spirelor cu apă caldă și diferite soluții, se elimină aciditatea și restul impurităților, urmează tot prin stropire tratarea cu agenți de avivare și în final zona de uscare.

Agregatul de răsucire funcționează după principiul mașinii de răsucit cu inele și permite reglarea pentru obținerea de torsiuni între 36 și 160 t/m, în funcție de viteza de debitare și turația fusului de preluare a firului.

În fig. 32 se arată aspectul părții de răsucire al mașinii FCV.

Datorită mediului coroziv, materialul de construcție al diferitelor părți componente ale mașinii de filat este ales în mod corespunzător. În acest sens este de reținut că valțurile sînt executate dintr-o masă plastică rezistentă la mediu acid numită „araldit", iar în zona de uscare sînt din aluminiu.

Galeții de etirare sînt confecționați din bachelită cu grafit, alte echipamente din ebonită, iar curelele din policlorură de vinil sau polipropilenă etc.

Scanned with OKEN Scanner

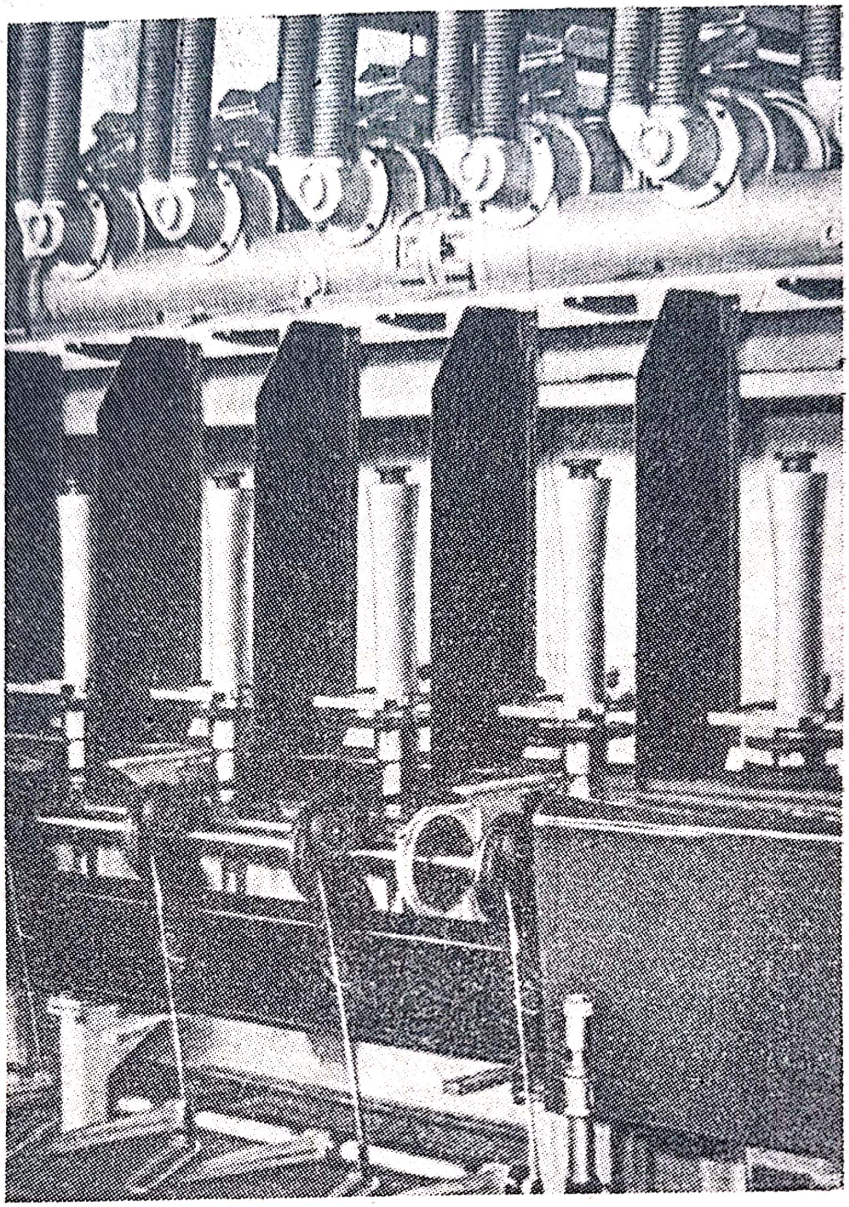


Fig. 32. Aspectul părții de răsucire al mașinii F.C.V.

Pentru asigurarea evacuării substanțelor nocive rezultate la filare, mașina permite, prin sistemul de ventilație, evacuarea a 3 000 m^3 aer/h și shimbarea de 15 ori/h a volumului total.

În fig. 33 ese reprezentată schematic secțiunea transversală a mașinii de filare, corespunzător unui post de filare.

Regenerarea și prepararea băii de filare. După cum s-a explicat mai înainte, baia de filare trebuie să se mențină la concentrațiile stabilite și la un volum care să asigure viteza de circulație necesară. În baia de filare se formează continuu sulfat de sodiu, producîndu-se în același timp și o diluare puternică, iar o parte din lichid este antrenat pe firele proaspăt filate.

Scanned with OKEN Scanner

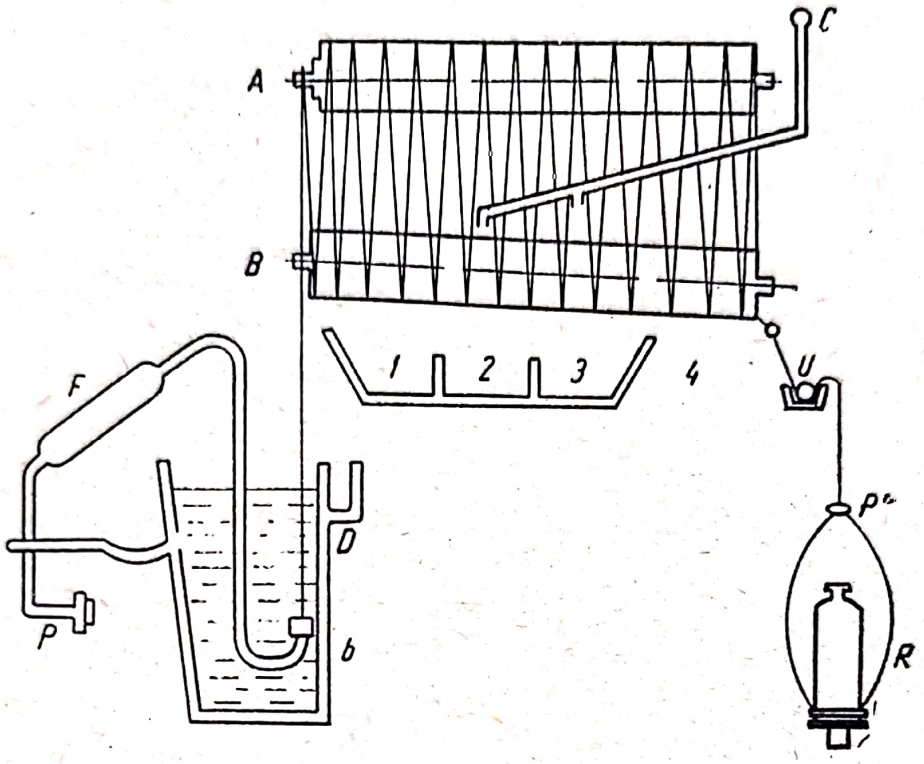


Fig. 33. Secţiune printr-un post de filare :
P — pompetă ; *F* — filtru lumînare ; *b* — filieră ; *D* — baie de congelare ; *A* şi *B* — valţurile de preluare şi tratare ; *C* — conducta pentru soluţii de spălare şi tratare ; *1, 2, 3* — cuve pentru soluţiile din circuitul de tratare şi spălare ; *U* — rola de uleiere ; *P'* — conductor de fir ; *R* — dispozitiv de răsucire.

Pentru menţinerea constantă a compoziţiei trebuie să se facă regenerarea băii şi plusul de sulfat de sodiu se îndepărtează prin cristalizare, iar diferenţa de aciditate şi de sulfat de zinc se adaugă. Îndepărtarea apei din baia de filare se face prin evaporare sub vid la 650—680 mm Hg.

În aceste condiţii, soluţia are un punct de fierbere de 50—54°C. Un astfel de aparat, reprezentat în fig. 34, este prevăzut cu un preîncălzitor, de unde baia intră în partea superioară a evaporatorului sub vid, vaporii de apă fiind condensaţi într-un condensator alăturat, de unde se scurge la canal.

Pentru recuperarea sulfatului de sodiu se folosesc aparate de cristalizare prin răcire cu ajutorul vidului. O parte din sare este separată prin centrifugare şi apoi se calcinează, obţinîndu-se sulfat de sodiu anhidru uşor de valorificat. Soluţia mamă rezultată de la centrifugă este adusă din nou în baia de acid.

În afară de aducerea la concentraţie, baia de acid mai trebuie purificată de precipitatul de sulf şi polisulfuri, care se formează la descompunerea xantogenatului, şi de porţiuni de celuloză sub formă

Scanned with OKEN Scanner

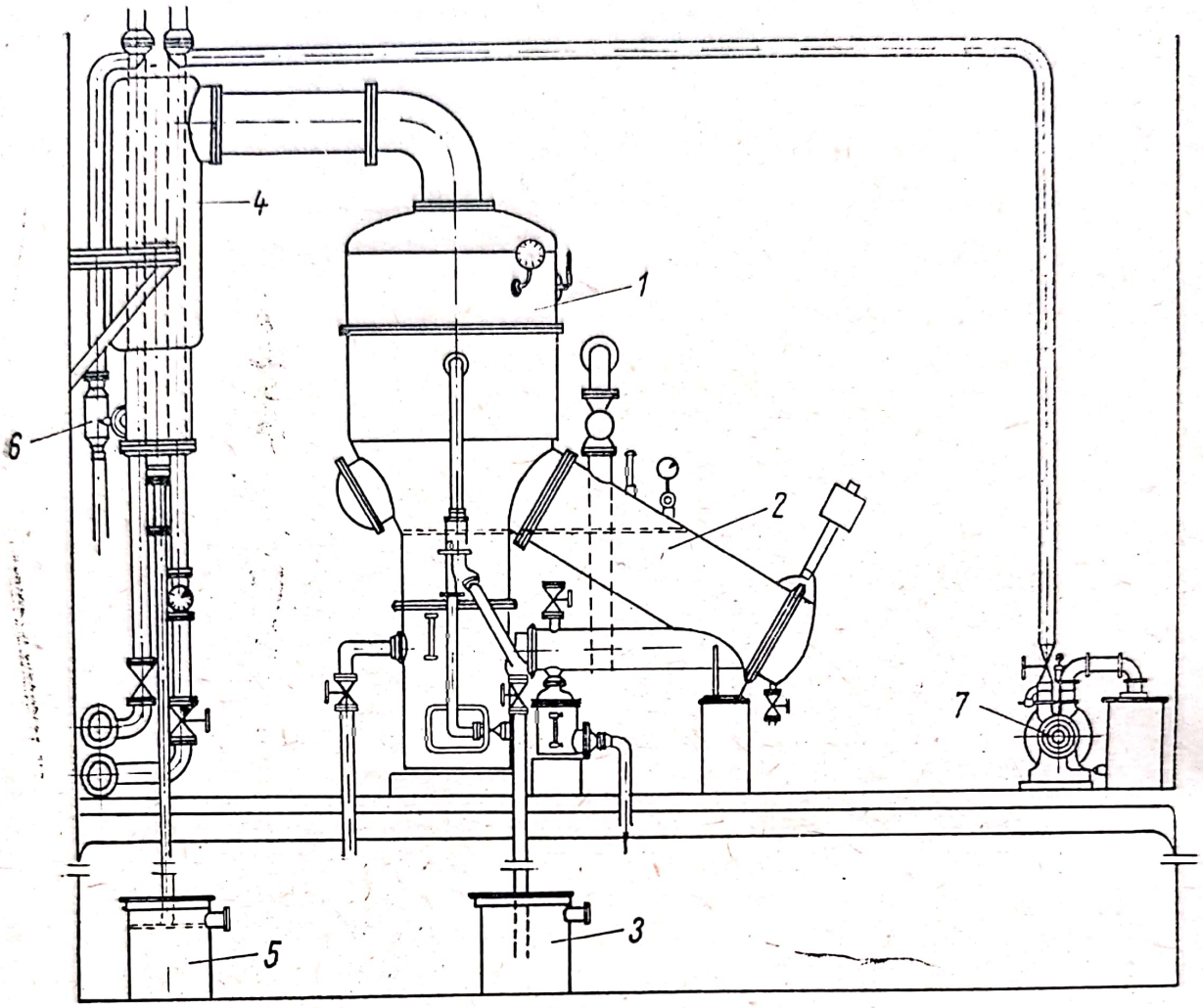


Fig. 34. Aparatul de evaporare sub vid cu preîncălzitor tubular înclinat: *1* — aparat de evaporare; *2* — preîncălzitor; *3, 5* — vas barometric alevaporatorului; *4* — condensator; *6* — dispozitiv pentru captarea acidului; *7* — pompă de vid.

de zegras, în baie. Această operaţie se efectuează prin trecerea continuă a soluţiei calde sub presiune prin filtre închise, cu straturi de cuarţ, de construcţie „Wabag".

La instalaţiile vechi, filtrarea se efectuează tot prin straturi de cuarţ, în filtre deschise, care prezintă multe dezavantaje.

În fig. 35 este reprezentată schema unui filtru închis de baie de acid, cu straturi de cuarţ.

Baia de filare care se întoarce de la maşini este trecută într-un rezervor de amestecare cu acid sulfuric concentrat şi cu sulfat de zinc, după care se transportă într-un rezervor pentru decantare. În rezervorul de amestecare curge şi baia concentrată după evaporare şi baia separată de sulfat de sodiu. După amestecare, o parte ajunge la maşini, o parte la evaporare şi o parte la cristalizarea sulfatului de sodiu.

Scanned with OKEN Scanner

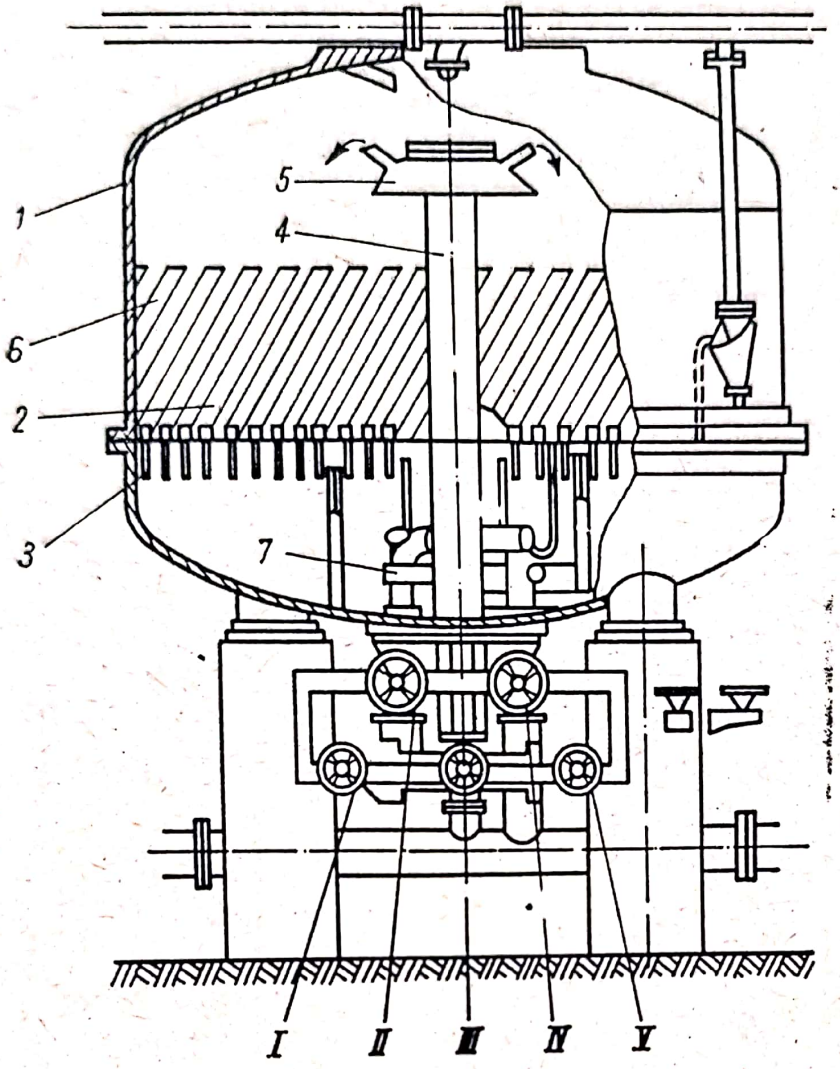


Fig. 35. Filtru închis cu straturi de cuarţ :

1 — corpul filtrului ; *2* — fund găurit ; *3* — lumînări de drenaj ; *4* — ţeava centrală ; *5* — pîlnie ; *6* — strat de cuarţ ; *7* — ţeavă perforată de evacuare ; ventile : *I* — pentru baia nefiltrată ; *II* — pentru aer comprimat ; *III* — pentru evacuarea băii ; *IV* — pentru baie filtrată ; *V* — pentru evacuarea băii murdare.

Finisarea firelor de viscoză. După operaţia de filare, firele regenerate trebuie supuse unei game de operaţii, pentru aducerea produsului la forma corespunzătoare pentru prelucrare.

Aceste operaţii sînt :

— spălarea componentelor băii de filare rămase în fire ;

— îndepărtarea sulfului format în fir ;

— îndepărtarea soluţiilor de desulfurare ;

— albirea firelor ;

— avivarea, pentru îmbunătăţirea tuşeului şi moliciunii.

Scanned with OKEN Scanner

Procedeele de finisare depind de forma în care rezultă produsul la mașina de filat.

Finisarea mătăsii pe bobine. Bobinele cu celuloză regenerată descărcate de la mașina de filat, conțin 22—25% celuloză 2,5—4% acid sulfuric, 12—14% săruri, 60—65% apă.

Spălarea se face cu apă, timp de 1,5—3 ore, la 35—40°C, putînd fi efectuată cu recuperarea sulfurii de carbon sau fără recuperarea acesteia.

În cazul în care se recuperează sulfura de carbon, spălarea se efectuează la 70°C, în utilajele care permit antrenarea vaporilor și condensarea lor.

Această spălare, pentru îndepărtarea acidității din fir, se face, de obicei, în căzi de lemn sau de metal, cauciucate, sub vid, în care bobinele sînt fixate etanș cu garniturile de cauciuc, pentru a permite trecerea apei de spălare prin manșonul de fire.

După spălare, bobinele perfect neutre se așază pe cărucioare și se usucă în uscătoare compartimentate, cu aer cald și ventilație, la temperatura maximă de 90°C.

Bobinele uscate se umidifică în săli speciale, după care sînt trecute la faza de prelucrare textilă, la operația de răsucire.

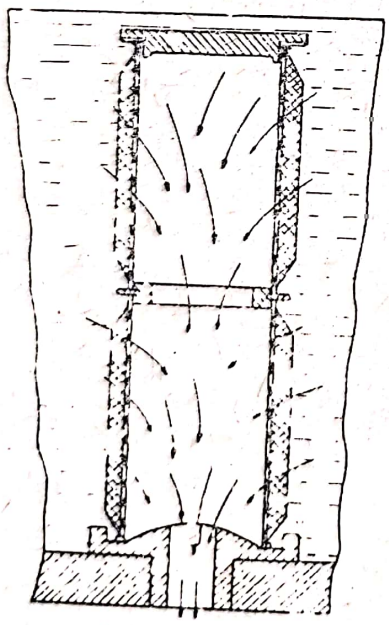


Fig. 36. Schema circulației lichidului prin stratul de mătase de pe bobină, la finisarea sub vid.

În cazul în care spălarea este incompletă, urmele de acid sulfuric degradează filamentele celulozei în timpul uscării, scăzînd rezistența la valori care pot face firul inutilizabil. De aceea, efectuarea unei spălări complete este preocuparea principală a operatorului la spălarea bobinelor.

Circulația soluției de spălare prin bobine are loc în modul reprezentat în fig. 36.

La sfîrșitul spălării se adaugă bicarbonat de sodiu și se verifică cu indicatori gradul de spălare.

Desulfurarea și albirea firelor pe bobine rigide nu este recomandată, întrucît apar neuniformități în fire, datorită nepătrunderii uniforme a substanțelor de tratare. Această operație se execută mai bine pe sculuri sau pe materiale textile, la finisarea țesăturilor și a tricoturilor.

Scanned with OKEN Scanner

Tratarea în bune condiţii a sculurilor se efectuează pe maşini continue, cu compartimente pentru fiecare operaţie, pînă la avivare şi cu înaintare automată a bastoanelor pe care sînt suspendate sculurile. De la maşina de tratat, sculurile aşezate pe cărucioare sînt introduse în uscătoare cu aer cald, după care se condiţionează şi se ambalează.

Acest procedeu se aplică numai la filarea discontinună.

C. FABRICAREA FIRELOR CORD TIP VISCOZA

1. GENERALITĂŢI

Producţia firelor textile continue, tip viscoză, a fost în ultimii ani mai puţin extinsă din motive economice. În schimb s-a dezvoltat foarte mult producţia firelor cord pentru inserţii în anvelope. Încă de la începutul apariţiei lor firele cord din viscoză au prezentat avantaje mari faţă de firele de bumbac.

Tehnologia obţinerii firelor cord a evoluat pe parcurs obţinîndu-se, prin modificări adecvate, tipuri de cord superioare. Astfel sînt cunoscute următoarele tipuri de cord : cord obişnuit, cord ameliorat, cord super-1, cord super-2, cord super-3, cord super-4 şi modal-cordul.

Firele cord din viscoză — inserţii în anvelope — trebuie să îndeplinească anumite condiţii speciale acestei utilizări :

— rezistenţă la tracţiune în stare uscată şi alungire redusă pentru eliminarea deformaţiilor ;

— termostabilitate suficientă pentru a nu se degrada în timpul operaţiilor de vulcanizare sau prin încălzirile care au loc, obişnuit, în exploatarea anvelopelor ;

— să prezinte adeziune perfectă la cauciuc pentru ca în rolul de inserţie pe care îl are să facă masă comună cu cauciucul. Desfacerea stratului de cauciuc duce la distrugerea rapidă a anvelopei.

Firele cord se produc în mai multe sortimente de finete, pentru a putea fi utilizate în funcţie de tipul de anvelopă în mod corespunzător. În general, se pot obţine creşteri de rezistenţă a anvelopei nu numai pe seama creşterii rezistenţei cordului, ci şi prin stabilirea unei construcţii avantajoase (numărul de straturi, utilizînd fire de cord cu diametre mai mari).

Firele cord de viscoză super se produc la C.F.A. Brăila.

Scanned with OKEN Scanner

2. CARACTERISTICILE PROCESULUI TEHNOLOGIC

Condiții speciale pentru materii prime și auxiliare. *Celuloza* pentru obținerea cordului super-1, super-2 și super-3 etc. este o celuloză chimică înnobilată special pentru această destinație și de înaltă puritate. Se caracterizează printr-un conținut mai ridicat de α-celuloză (96—98%) și un grad mediu de polimerizare, de asemenea, mai ridicat (900—1 000).

Conținutul foarte redus de hemiceluloze, în cazul celulozei pentru cord, are rolul de a asigura menținerea caracteristicilor soluțiilor alcaline în circuit, la nivel constant, cu excluderea părților cu grad mic de polimerizare care produc dificultăți la coagularea firului și diminuează rezistența cordului.

Hidroxidul de sodiu utilizat la fabricarea cordului este necesar a fi lipsit de impurități (carbonat de sodiu, hidroxid de fier și aluminiu) care influențează nefavorabil claritatea și stabilitatea chimică a soluției de viscoză, conducînd la coagulare necorespunzătoare, cu rezistențe mai slabe în firul filat.

Apa de fabricație care intră în procesul de preparare a soluției de viscoză se impune a fi demineralizată, pentru a se elimina posibilitatea introducerii în soluția de viscoză, prin intermediul apei, a impurităților anorganice (săruri care acționează cu electroliți și ioni metalici).

Aceeași exigență se impune pentru acidul sulfuric și sulfura de carbon.

Modificatorii utilizați în fabricarea cordului în soluția de viscoză și baia de coagulare au tocmai rolul de a crea condiții de formare a firului pentru obținerea unei rezistențe superioare față de firele obișnuite, la care, de obicei, nu se introduc agenți de modificare.

Modificatorii acționează în sensul reglării vitezei de formare a firului cu o structură uniformă și caracteristică pentru o înaltă rezistență. Din punct de vedere chimic modificatorii pot fi de mai multe tipuri : poliglicoli, alchilamine, amine etoxilate etc. Întrucît acțiunea modificatorilor este influențată, în afară de funcția chimică a acestuia, și de caracteristici ca : masa moleculară, gradul de etoxilare etc., este necesar ca din punct de vedere calitativ să se păstreze constante caracteristicile de bază a modificatorului utilizat. Nu este suficient să se dea acceptul pentru un modificator numai după denumirea comercială, este necesar să se măsoare activitatea

Scanned with OKEN Scanner

de modificare prin metode cunoscute în cercetarea prelucrării cordului prin teste de laborator și micropilot. Schimbarea unui modificator se poate face numai prin stabilirea tehnologiei în instalație pilot, întrucît chiar la aceeași funcție chimică poate prezenta comportare diferită.

Pentru același tip de modificator este necesar să se verifice caracteristicile care determină uniformitatea între șarje.

În instalația pilot de la C.F.A. Brăila au fost studiate multe tipuri de modificatori pentru ridicarea calității cordului. În fabricația curentă, pînă la ora actuală se utilizează produsul Rolfor (poliglicol cu masă moleculară 1 500, fabricat în R.S.R.).

Modificatorii pentru baia de coagulare au rolul de a produce limpezirea băii de particule coloidale, rezultate din descompunerea xantogenatului la filare, crescînd transparența și de a îmbunătăți filabilitatea și calitatea cordului. Cu cît tensiunea superficială determinată de un astfel de produs în baia de coagulare este mai mică, cu atît acțiunea sa ca modificator de baie este mai eficace. Se folosesc curent drep modificatori produse ale diferitelor firme specializate care treptat se asimilează.

Considerații asupra procesului fizico-chimic la obținerea cordului. Principiul obținerii cordului se bazează pe realizarea unei viscoze cu parametri diferiți de soluțiile de viscoză obișnuite, o baie de coagulare de altă compoziție și condiții de coagulare speciale. Acești parametri fizico-chimici sînt selecționați și corelați în sensul formării lente și uniforme a firului pe toată secțiunea sa și menținînd un timp cît mai lung starea de plasticitate a firului. Aceasta se poate realiza din parametrii fizico-chimici, prin distanțarea procesului de coagulare de procesul de descompunere.

Firul proaspăt coagulat în stare de gel poate fi etirat puternic în etapa următoare, cînd are loc descompunerea chimică.

Aplicarea etirării, cu descompunere rapidă simultan cu etirarea, conduce la orientarea puternică a firului regenerat pe direcția axului, cu realizarea unei rezistențe ridicate și a unei alungiri reduse.

Adaosul de modificatori permite aplicarea unor parametri convenabili pentru reglarea procesului de coagulare și descompunere.

Parametrii de bază stabiliți pentru procesul tehnologic se corectează în mod curent pentru a se obține o structură corespunzătoare tipului super-1 sau super-2, măsurată la microscop, într-o secțiune uniformă, așa numită „fără miez" și cu un contur neted.

Parametrii care pot fi utilizați pentru menținerea fabricației la un nivel calitativ corespunzător sînt :

Scanned with OKEN Scanner

Viscoza de filare:

— conținutul de α-celuloză ;
— conținutul de hidroxid de sodiu ;
— indicele de esterificare ;
— indicele de maturare ;
— conținutul și natura modificatorului ;
— claritatea viscozei (absența gelurilor și impurităților) ;
— viscozitatea.

Baia de coagulare:

— conținutul de acid sulfuric ;
— conținutul de sulfat de zinc ;
— conținutul de sulfat de sodiu (densitatea) ;
— conținutul și natura modificatorului ;
— temperatura ;
— starea de degazare a băii ;
— claritatea băii de coagulare ;
— circulația băii și asigurarea volumului de baie pe filieră și în unitate de timp ;
— scăderea de concentrație între intrarea și ieșirea băii în mașină.

Filare-etirare:

— construcția filierii ;
— lungimea de imersie a firului în baie ;
— viteza de filare ;
— viteza de descompunere a xantogenatului măsurată prin diagrama indicelui γ ;
— compoziția băii de etirare ;
— imersia firului de etirare ;
— temperatura de etirare ;
— raportul de etirare ;
— circulația băii de etirare.

În practică se cunosc mai multe tehnologii utilizînd diferite valori a acestor parametri, însă aplicarea absolută nu poate fi generalizată de la o tehnologie la alta, întrucît tipul constructiv al mașinii de filare determină adaptarea tuturor parametrilor, în sensul obținerii calității corespunzătoare a cordului.

În tabelele 22 și 23 se dau valorile cele mai importante pentru parametrii de bază care se aplică în fabricarea cordului la C.F.A. Brăila.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 22

Parametrii viscozei de filare

Caracteristici	Limite admise
α Celuloză, %	6,75—6,85
NaOH, %	5,8 —5,9
Indicele γ	48—50
Viscozitatea, s	48—52
Modificator, % față de α	3 ±0,1
Indice de maturare	8,5 —9
Conținut de sulf, %	2,2 —2,3
Claritate, mm, min.	500

Tabelul 23

Parametrii procesului filare — etirare și fixare

Caracteristici	Limite admise
H_2SO_4, g/l	85±1
$ZnSO_4$, g/l	70—74
Densitate	1,232±0,002
Temperatura, °C	50±1
Berol spinn 656, g/l (modificator)	0,6±0,1
Claritatea băii, mm, min.	500
Viteza de filare, m/min.	40—42
Filiera, număr orificii/diametru	1 500/50 μm
Întindere la filieră, %	—20 . . . —30
Baia de etirare (fixare I)	
H_2SO_4, g/l	40±2
$ZnSO_4$, g/l	8—10
Temperatura, °C	96±1
Etirare, %	100
Baia de fixare (fixare II)	
H_2SO_4, g/l	25±2
Temperatura, °C	60—70
Relaxare, %	6—8

Scanned with OKEN Scanner

Fazele procesului tehnologic. Procesul tehnologic al fabricării cordului cuprinde următoarele faze :

— prepararea viscozei ;
— filarea — etirarea ;
— fixarea firului ;
— spălarea — tratarea — uscarea ;
— prelucrarea textilă (răsucire, cablare, urzire și țesere).

Viscoza pentru cord se prepară după principiile generale de fabricare a viscozei, descrise detaliat la capitolul respectiv, folosind utilajele cele mai moderne pentru fiecare fază de fabricație. Se aplică procesul continuu de prepararea viscozei pînă la xantogenare, unde prin folosirea aparatelor Simplex procesul devine discontinuu.

În general, se poate spune că tehnica de preparare a viscozei pentru cord nu prezintă diferențe speciale față de cea de obținere a celofibrei sau de fire, cu precizarea că se utilizează materii prime și auxiliare speciale, iar caracteristicile soluției de filare sînt deosebite conform prezentării de mai sus.

Filarea firelor cord. La începutul fabricării cordului au fost utilizate mașini de filare cu bobine sau mașini de filare centrifugale, prevăzute cu role pentru etirare. În aceste condiții nu s-au putut obține creșteri de rezistență decît cu 3—3,5 g/den.

Aceste mașini au fost prevăzute cu băi de plastifiere. Bobinele conținînd fir de cord filat, pe astfel de mașini se finisează în mod obișnuit ca și firele de mătase viscoză.

Această tehnologie a fost abandonată fiind depășită, atît pentru calitățile cordului cît și pentru economicitate.

În prezent, pe plan mondial se utilizează numai mașini moderne de filat, continue, care se folosesc și la Combinatul de fibre artificiale Brăila (fig. 37).

Mașinile continue de filat cord pot fi de mai multe tipuri constructive. Toate mașinile continue execută în proces continuu operațiile, de la filare pînă la tratarea finală a firului, prealabile prelucrării textile.

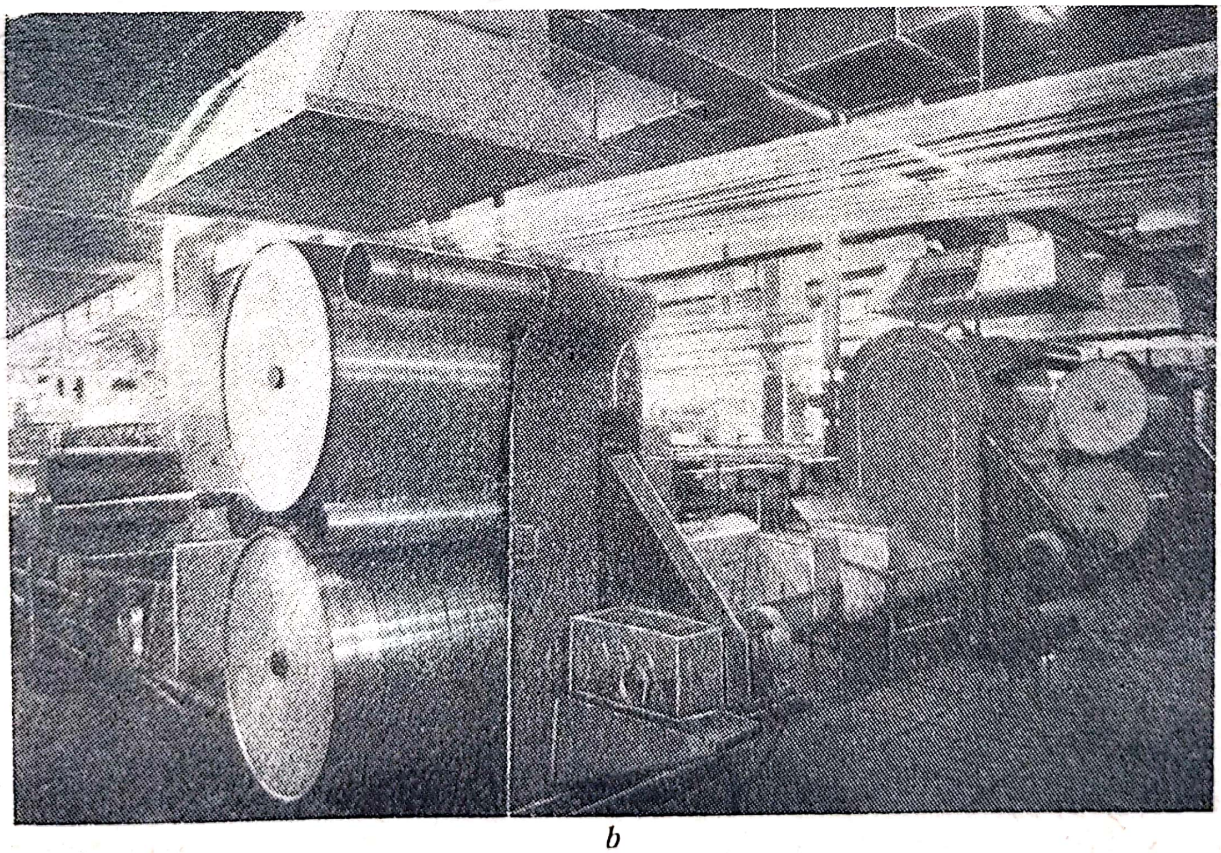
Din punct de vedere constructiv se deosebesc două tipuri de mașini :

— Mașini care efectuează filarea-etirarea pe o parte a mașinii, iar pe cealaltă parte, spălarea și tratarea firului pe un sistem de cilindri, cu depunerea firului uscat pe bobine cilindrice. Aceste mașini prezintă avantajul de a fi mai scurte, mai ușor de servit și duc la o calitate mai bună a firelor.

— Mașini care sînt prevăzute cu imersie scurtă și liberă și care execută toate operațiile pe întreaga rețea de fire în paralel.

Scanned with OKEN Scanner

a



b

Fig. 37. Mașina de filat cord :
a — zona de tratare ;
b — zona de uscare.

Scanned with OKEN Scanner

Aceste mașini sînt lungi și prezintă dezavantajul că în cazul ruperilor se deranjează firele vecine (mașina de la Combinatul de Fibre Artificiale Brăila).

Viscoza pregătită pentru fibre se alimentează la mașina de filat și se filează în condițiile prezentate în tabelul 22. Firul proaspăt filat este preluat de rolă, pe care formează mai multe spire, după care intră în celula de etirare unde are loc și descompunerea xantogenatului. Firul este etirat între rola de intrare și cea de ieșire din celula de etirare, prin diferența de viteză a acestora. Raportul vitezelor este egal cu raportul de etirare.

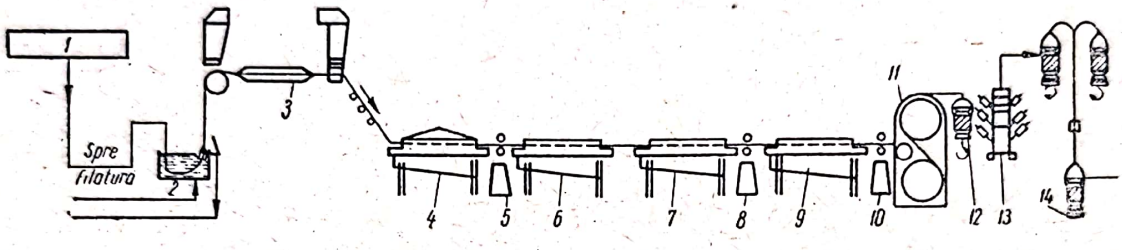


Fig. 38. Schema de principiu a unui post de filare pe mașina de cord :
1 — soluție de viscoză ; *2* — baie de coagulare ; *3* — celulă de etirare ; *4* — baia de fixare II, *5*, *8*, *10* — cilindri de stoarcere ; *6*, *7* — zonă de spălare ; *9* — baia de avivare; *11* — zona de uscare ; *12* — prima răsucire ; *13*, *14* — cablarea cordului.

În continuare, firele sînt dirijate prin conducători și separatori de sticlă, în baia de fixare și mai departe prin băile de spălare și tratare, confecționate din P.V.C.

Mașina de filare are 60 de posturi. Schema de principiu a unui post de filare este dată în fig. 38. La ieșirea din celulele de etirare cele 60 de fire sînt conduse în paralel pe toată lungimea de tratate și spălare a mașinii. Baia de avivare este foarte importantă pentru calitatea cordului. Pentru avivare se folosesc săruri ale acizilor grași etoxilați și ulei de vaselină sau săpunuri (în concentrație de 20—22 g/l acizi grași), la temperatura de 50°C ; uscarea firelor se realizează pe tamburi încălziți cu abur.

De la mașina de filat firele trec, printr-o fantă triunghiulară tăiată în perete cu o înclinație care nu permite atingerea firelor între ele, în altă încăpere unde sînt alimentate la mașina de primă răsucire, care este de fapt și mașina de prelucrare a firelor de la mașina de filat.

Din acest moment începe prelucrarea textilă.

Pe mașina de primă răsucire se aplică o torsiune de 60 răs/m și firele, în canitate de 3 kg, se depun pe bobina cu flanșe.

În continuare, bobinele sînt transportate la mașinile de cablat unde se execută, într-o singură fază, răsucirea firului simplu și

Scanned with OKEN Scanner

cablarea. Se obţin fire de 1650—2, cu torsiunea de 472/472 sau 470/400. Firele cablate se urzesc pe bobine secţionate pentru alimentarea maşinilor de ţesut reţea.

Războaiele de ţesut reţea cord folosesc firul de cord ca urzeală (1 500 fire), iar pentru menţinerea paralelă a firelor se face o bătătură de legătură cu un fir subţire de bumbac la distanţă de 1 cm. Reţeaua se depune pe suluri de 1 500 mm lăţime, formînd role de circa 400 kg care se livrează într-un ambalaj special.

Maşinile textile pentru cordul de viscoză sînt de acelaşi tip ca şi maşinile utilizate pentru cord şi fire tehnice din polimeri sintetici (v. cap. IX).

Sortimente de cord viscoză. Industria de anvelope necesită mai multe sortimente de cord, în funcţie de tipul de anvelopă şi utilizarea lor. Pentru aceasta, în afara sortimentelor de bază 1 650 × 2, a fost necesară extinderea unor noi sortimente pentru anvelope radiale. Pentru fiecare sortiment de fir se stabilesc parametrii tehnologici corespunzători la filare şi prelucrare textilă.

Pentru asigurarea condiţiilor de coagulare, în funcţie de sortimentul filat, alegerea filierei are un rol important.

Ţinînd seama de faptul că odată cu creşterea grosimii firului coagularea este mai dificilă, se corelează parametrii de filare cu filiera, întrucît lungimea de imersie a maşinii este constantă.

De asemenea, pentru calitatea firului cablat, pentru a corela rezistenţa cordului cu valoarea de obosire, este necesar să se determine torsiunea optimă pentru fiecare sortiment.

Torsiunea aplicată este, în general, mai redusă odată cu creşterea grosimii firului, atît pentru construcţia simetrică cît şi pentru cea asimetrică a firului.

În tabelul 24 se dau cîteva date privind alegerea filierei şi torsiunii în funcţie de grosimea sortimentului de cord, obţinute la Combinatul de fibre artificiale Brăila.

Tabelul 24

Date privind obţinerea sortimentelor de cord

Sortiment, den	Filieră nr. orificii / D orificiu	Viteza de filare, m/min	Torsiunea, răs/m	Rezistenţa obţinută, kgf/fir
1 100×2	1 100/0,04	48—50	530/530 (cord simetric)	10,5—11 (super—2)
1 500×2	1 500/0,05	40—42	472/472	14 (super—2)
1 650×2	1 500/0,05	40—42	470/400	15—16 (super—1)
1 650×2	1 500/0,05	40—42	340/300	16—17 (super—2)
2 200×2	2 000/0,05	32—34	280/280	19—20 (super—1)

Scanned with OKEN Scanner

D. FABRICAREA CELOFIBREI

Fibrele scurte obținute prin procedeul viscoză sînt cunoscute sub denumirea de *celofibră*, care se produce în două sortimente principale :

— celofibră tip bumbac de 1,2—1,8 den și lungimea 32—38 mm, celofibră tip lînă de 2,5—4,2 den și lungimea 60—150 mm ;

— fibrele groase pentru covoare, tapițerie sau fibre de efect cu finețea de 8—25 den.

În țara noastră, singura fabrică de celofibră este Combinatul de fire artificiale Brăila.

Tehnologia de fabricare a celofibrei. Procesul de fabricare a celofibrei prezintă trei faze principale :

— preparația chimică ;

— filarea ;

— finisarea.

Preparația chimică aplicată după tehnologia generală descrisă se caracterizează prin aplicarea procedeelor continue care permit o capacitate mare de producție și prin utilizarea viscozelor economice cu conținut în α-celuloză de 9—9,5% și un conținut redus în hidroxid de sodiu, raportul NaOH : celuloză fiind mai mic de 0,66.

Filarea celofibrei are la bază tehnologia generală de formare a fibrei, iar mașinile de filat sînt similare cu cele folosite pentru obținerea firelor continue, cu unele adaptări specifice.

În cazul celofibrei, firele rezultate de la fiecare filieră nu mai sînt depuse pe bobine, ci sînt colectate în cabluri, care înaintează pe role în fazele de etirare și tăiere. Un loc de filat are capacitate mare, lucrîndu-se cu filiere între 500 și 25 000 orificii și pompete cu debite de 6—25 cm^3/rot.

Mașinile de filat pentru celofibră, după construcția lor, pot fi de mai multe tipuri. În fig. 39 este reprezentată schema de principiu a unei linii de filare a celofibrei.

La mașina de filat celofibră tip Maurer ultima filtrare a viscozei are loc direct în mașină. Se folosesc mașini bilaterale cu 80 locuri de filare de fiecare parte.

Se aplică filarea orizontală într-o cuvă de filare de 1 m lungime, baia de filare curgînd în același sens cu firul de la filieră.

Baia de filare conține : 90—120 g/l $H_2SO_4$2; 200—250 g/l Na_2SO_4 ; g/l $ZnSO_4$.

Scanned with OKEN Scanner

Mașina de filat este împărțită, pentru o mai bună distribuire a spațiului, în sectoare triunghiulare, cu așezarea alternativă pe lățimea mașinii. La fiecare sector sînt montate 10 filiere, de unde se colectează firele printr-un conducător de fir formînd un cablu, care este preluat de o pereche de galeți, făcîndu-se o primă etirare, între prima și a doua pereche de galeți. Această etirare se poate efectua în aer sau în baza de plastifiere.

După prima etirare, mănunchiurile de fire se colectează într-un cablu și se trece la o a doua etirare, între două dispozitive cu valțuri, într-o baie de apă fierbinte de 90—95°C. Cablul devenind puțin plastic permite o oarecare întindere, procentul total de etirare fiind de 25%. În final, cablul trece printr-un ultim grup de valțuri, de unde intră la mașina de tăiat. Pe parcursul pînă la dispozitivul de tăiat sînt montate jgheaburi închise în drumul cablului pentru recuperarea sulfurii de carbon din cablu.

Fibra proaspăt regenerată conține 50% CS_2, din cantitatea totală introdusă la xantogenare, și trebuie să fie recuperată. Mașina de filat, dulapurile de etirat, mașina de tăiat sînt racordate la instalația de absorbție ; aerul conținînd vapori de sulfură de carbon este dirijat la recuperare.

Filierele pentru filarea celofibrei se aleg după sortimentul care se filează : la fibre groase filiere cu orificii mai mari (0,1—0,12 mm), iar la firele subțiri, filiere cu orificii mai mici (tabelul 25).

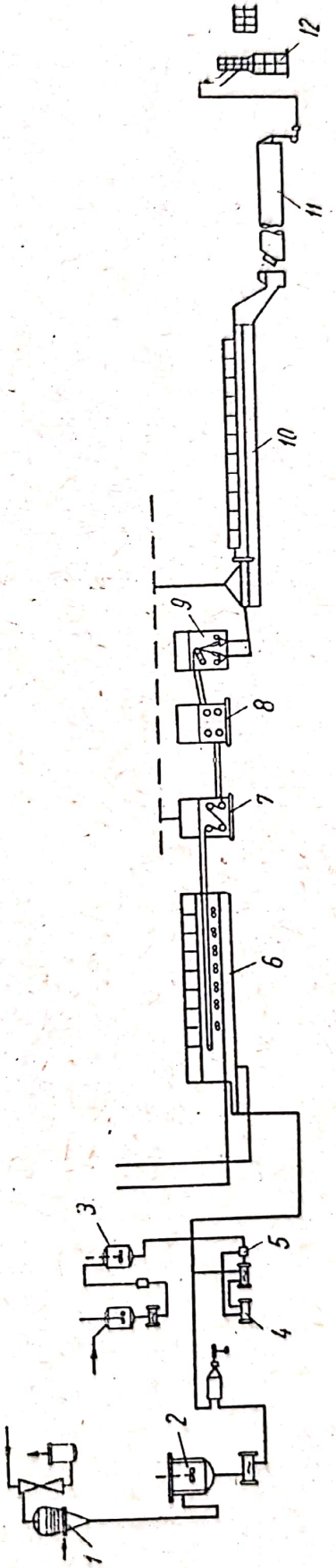


Fig. 39. Schema de principiu a unui post de filare pe mașina de celofibră :
1 — vas de dezaerare a viscozei sub vid ; *2* — rezervor pentru soluția de viscoză ; *3* — rezervor pentru prepararea suspensiei de matisare (TiO_2) ; *4* — pompă pentru dozatorul de viscoză și matisant ; *5* — omogenizator rapid ; *6* — mașină de filat ; *7* — etirare I ; *8* — etirare II ; *9* — mașină de tăiat ; *10* — mașină de tratare ; *11* — uscător ; *12* — presă pentru celofibră finită.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 25

Caracteristicile filierei în funcție de sortimentul de celofibră prelucrat

Tipul de celofibră	Numărul de orificii în filieră	Diametrul orificiilor, mm	Viteză de filare, m/min	Aliajul filierei
Bumbac	8 500	0,060	75—80	Au-Pt
Bumbac	8 500	0,070	75—80	Au-Pt
Bumbac	8 500	0,070	75—80	Tantal
Bumbac	10 000	0,060	75—80	Au-Pt
Lînă fină	3 400	0,090	60—65	Au-Pt
Lînă semifină	2 000	0,120	55—60	Au-Pt
Lînă covor	1 500	0,170	50—55	Au-Pt

La fiecare mașină de filat există o mașină de tăiat compusă din patru dispozitive (capete) de tăiat, din care două rezervă pentru schimbarea cuțitelor. Se aplică tăierea cablului în stare umedă. Cablul este condus prin inelul de tăiat în dreptul cuțitelor rotative, care sînt așezate pe un inel și sînt ascuțite automat în timpul funcționării.

Fibrele tăiate cad continuu într-un rezervor care se află dedesubt, unde se face o pastă cu apă fierbinte, de unde vaporii sînt dirijați la recuperarea sulfurii de carbon.

Tratarea celofibrei. Prin tratarea celofibrei se înțeleg toate operațiile necesare pentru îndepărtarea acidității de la filare, desuflare, spălare, albire și avivare pentru obținerea produsului finit. Celofibra se poate finisa sub formă de cablu sau sub formă de fibră tăiată.

Mașinile de tratat a fibrei sub formă tăiată pot fi de două tipuri : mașini cu lonjeroane sau cu site. La mașinile cu lonjeroane, celofibra tăiată îmbibată cu soluții de tratare este transportată printr-un sistem de rastele așezate paralel. Pasta de fibre este pusă în mișcare cu ajutorul unei vergele care se învîrtește în jurul unui excentric.

Aceste vergele sînt dispuse alternativ, una fixă și una mobilă, asigurînd procesul de spălare a păturii de fibre și transportul pe toate fazele.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 26

Parametrii de tratare a fibrei

Zonele mașinii de tratat	Faza	Parametrii fazelor
I+II	Spălare pentru eliminarea acidului	Apă caldă 50—60°C
III	Desulfurare	2—5 g NaOH/l 4—8 g NaOH/l Temperatura 80—90°C
IV	Spălare cu apă	50—60°C, cu apă recirculată de la ultimul spălător
V	Albire	NaOCl 0,5 g/l Cl, 20—30°C
VI	Albire finală și spălare preliminară	Apă
VII	Baia de spălare a clorului	0,05—0,1 g H_2SO_4
VIII—IX	Spălare cu apă proaspătă	50—60°C
X—XI	Baia de avivare	Soluție de ulei sulfonat și săpunuri 1—2 g/l, 50—60°C

Mașina de tratat este împărțită în zone pentru tratarea fibrei. Parametrii de tratare a fibrei, în ordinea operațiilor, sînt dați în tabelul 26 pentru fiecare zonă în parte.

La ieșirea din mașină, după toate operațiile de tratare, fibra este presată puternic printr-o pereche de valțuri acționate hidraulic pentru îndepărtarea apei, înainte de a intra la uscare. Soluțiile de tratare se alimentează cu pompe, pentru fiecare zonă, care transportă soluțiile din rezervoare, prin intermediul unor jgheaburi cu deschideri pe ambele părți care, prin deversare, creează un curent de agitare în lichidul de spălare.

Uscarea. Uscătoarele folosite pentru celofibră pot fi de mai multe tipuri. La ieșirea din mașina de finisat celofibra are o umiditate de 160%. Uscătoarele cu tamburi cu site sînt folosite pentru uscarea celofibrei cu randament mare. Uscătorul se alimentează printr-un desfibrator preliminar care formează un strat, preluat de primul tambur, de care aderă prin absorbția creată de ventilator. Stratul este preluat în continuare de tamburul următor. Un uscător mare poate avea pînă la 20 tamburi, producînd 20 t fibră/uscător · zi. De la uscător, fibra este transportată pneumatic la presele de balotare.

Tratarea ulterioară a fibrei sub formă de cablu. Această operație este necesară pentru fibra destinată producției de pale pe convertere. De la mașina de filat, cablul de 200 000—250 000 den este trecut prin două grupuri de etirare la tratarea ulterioară.

Scanned with OKEN Scanner

La ieşirea de la o baie la alta, cablul este stors între valţuri. Se stoarce, se usucă pe uscător cu tamburi, după care se colectează la capătul maşinii.

Din acest punct, cablul se transportă la maşina de format pale, sau poate fi tăiat în fibră scurtă.

E. FABRICAREA CELOFANULUI

Celofanul este o peliculă transparentă de celuloză regenerată, care datorită propietăţilor speciale estetice şi igienice (fiind impermeabil pentru bacterii) este folosit ca ambalaj în industria alimentară, farmaceutică, textilă şi în scopuri tehnice.

Celofanul se obţine prin procedeul viscoză.

Caracteristicile soluţiei de viscoză pentru celofan. Viscoza pentru celofan este necesar să coaguleze cu viteză mare, este deci o viscoză cu grad mare de maturare, cu indice de clorură de amoniu jumătate faţă de a viscozei normale, respectiv o viscoză mai instabilă. O astfel de viscoză se poate realiza prin :

— reducerea conţinutului în sulfură de carbon la xantogenare ;

— reducerea conţinutului de hidroxid de sodiu în viscoză ;

— ridicarea concentraţiei de celuloză din viscoză ;

— creşterea viscozităţii şi modificarea condiţiilor de maturare.

Puritatea soluţiei trebuie să fie la fel de bună ca pentru fire, pentru a se obţine o transparenţă corespunzătoare a peliculei.

Filarea celofanului. În principiu, celofanul se obţine pe maşini speciale, cu totul diferite de maşinile de filat obişnuite.

Soluţia de viscoză este debitată printr-o filieră (dispozitiv de turnat) cu o fantă cît lăţimea maşinii, iar pelicula formată, de soluţie, este antrenată de valţuri, transportată în baia de filare unde are loc regenerarea celulozei. Viteza de coagulare a peliculei este mai lentă decît viteza de formare a fibrelor, fiind necesar un timp de contact cu mediul de saponificare de 2—3 s, la 40°C.

Pentru formarea în bune condiţii a peliculei sînt necesare 2—3 băi de regenerare de concentraţii descrescînde.

În continuare, pelicula de celofan formată înaintează cu ajutorul valţurilor în mod continuu, printr-un număr mare de vane pentru tratare chimică.

Este necesar să se aplice toate operaţiile şi tratamentele asupra peliculei pe suluri cu suprafeţe lucii, pentru a se obţine un produs transparent.

Scanned with OKEN Scanner

Baia de coagulare se compune din : 130—140 g/l H_2SO_4, 200 g/l Na_2SO_4 și are o temperatură de 40°C. Nu se adaugă sulfat de zinc, întrucît influențează viteza de saponificare, deși mărește transparența.

Contracția peliculei are loc în toate fazele, în total 20—35%. Viteza de filare obișnuită este de 20—30 m/min. Reglarea fantei se face cu o precizie între 0,01 și 1 mm, direct la mașină. Dispozitivul de turnat este cufundat în baia de coagulare pe o înălțime de 20—25 cm și este montat la prima cadă de coagulare, prevăzută cu valțuri, cu posibilitatea de circulație a bării de coagulare cu viteză mare.

Procesul de formare a foliei de celofan este același ca la formarea fibrelor. Celuloza se regenerează sub forma unei pelicule continue, care este preluată de un cilindru ce se rotește în baia de coagulare și trece mai departe peste bare de sticlă și valțuri de înaintare, spre băile de tratare.

În fig. 40 este reprezentată schema de principiu a unei linii de celofan, iar în fig. 41, schema unei filiere folosită la turnarea celofanului.

Tratarea celofanului. După prima cuvă de formare a foliei sînt prevăzute succesiv 17 vane în care se execută următoarele operații în proces continuu : regenerarea, spălarea, desulfurarea, spălarea, albirea, spălarea și spălarea excesului de clor, trei băi de spălare, tratarea preliminară sau vopsirea, baia de plastifiere pentru folii normale. Volumul de baie la prima vană de coagulare este de 2 500 m^3/oră pentru o linie de filare.

Pentru plastifierea foliei de celofan, cea mai folosită este glicerina sau glicolii. Prin tratare cu soluție de 50% se obține o glicerinare de 10% față de greutatea foliei.

În ultimele căzi sînt prevăzute valțuri rifelate pentru îndepărtarea apei. Uscarea se

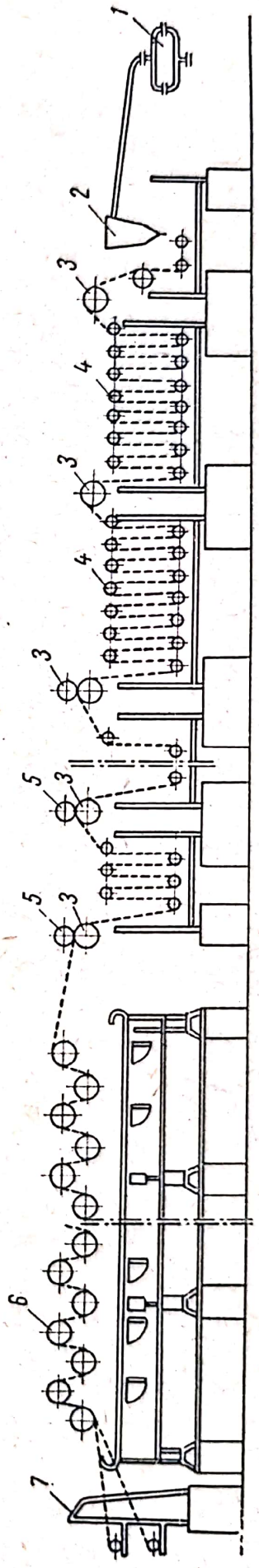


Fig. 40. Schema de principiu a liniei de fabricare a celofanului :
1 — filtru-farfurie ; 2 — filieră ; 3 — valțuri de transmitere pentru pelicule ; 4 — valțuri de transmitere în căzi ; 5 — valțuri ; 6 — cilindri de uscare ; 7 — dispozitiv de înfășurare.

Scanned with OKEN Scanner

efectuează într-o instalație închisă cu cilindri de uscare (67 tamburi mari și 15 mici) compartimentați în cinci zone, ultima fiind zona de condiționare.

La ieșirea din uscător, folia de celofan este înfășurată pe un aparat special cu ajutorul a două valțuri.

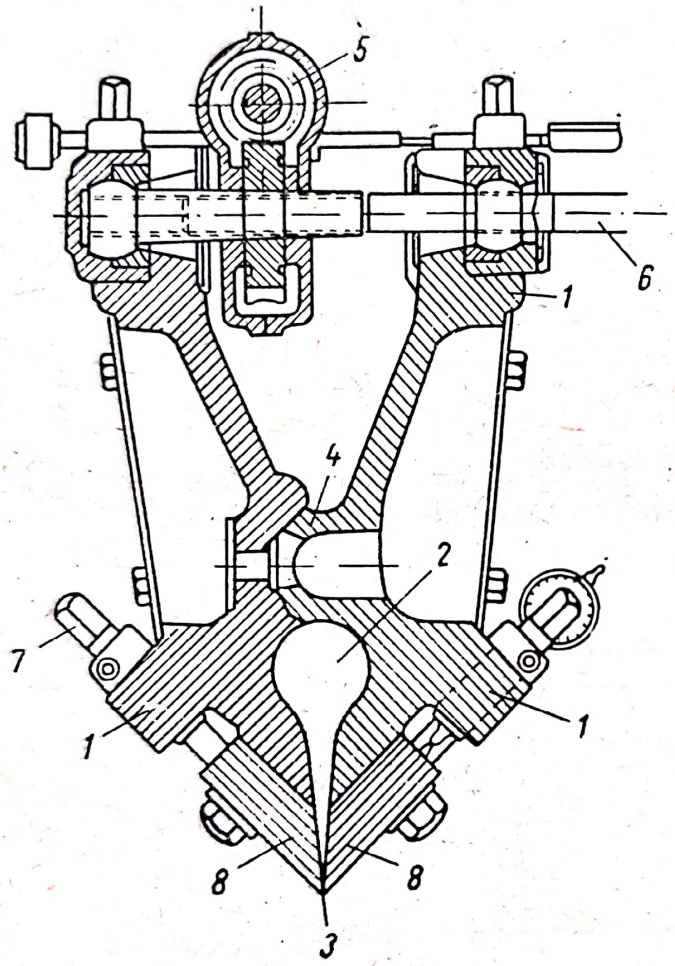


Fig. 41. Filieră pentru turnarea celofanului :

1 — corpul ; *2* — cavitatea filierei ; *3* — fantă ; *4* — șarnieră ; *5* — axul manivelei de reglare ; *6* — șuruburile superioare de reglare ; *7* — șuruburile inferioare de reglare ; *8* — plăcile care formează fanta filierei.

Celofanul, pe dispozitivul de înfășurat, se obține în formă de suluri de 130 cm lățime și cu o greutate de 300 kg.

Lăcuirea celofanului. Această operație are drept scop impermeabilizarea peliculei de celofan față de umiditate și vapori, și constă în aplicarea unui strat subțire de lac insolubil în apă peste folia finisată, folosindu-se mai multe rețete.

Pentru aceasta sînt indicate lacurile pe bază de nitroceluloză, parafină, plastifianți, dizolvanți într-un dizolvant volatil ca : acetat de butil, toluen etc., în care acesta se găsește în concentrație de 3—6%.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 27

Caracteristicile tehnice ale celofanului

Caracteristicile	Valori pe sortimente		
	Normal	Normal colorat	Lăcuit
Aspect Miros	Flexibil, transparent, neted Fără miros		
Conținut de glicerină, %	12—18	12—18	12—18
Umiditate, %	6—9	6—9	6—9
Abateri admise la format, %	±2	±2	±2
Abateri la oblicitate, % max.	2	2	2
Gramajul, g/m²	35, 40, 45,	35, 40, 45,	35, 50
Variație de gramaj, %	+10% —5 %	+10% — 5%	+10% — 5%
Grosimea, mm	0,024 ; 0,028 0,032 cu ±10%	0,024 ; 0,028 0,032 cu ±10%	0,025 ; 0,034 cu ±10%
Sarcini la rupere, min. — longitudinale, kgf/mm² — transversale, kgf/mm²	9 4,5	8 4	10 5
Alungire la rupere, min. — longitudinal, % — transversal, %	20 30	15 25	11 30

Caşerarea celofanului. Aceasta constă în aplicarea pe folia de celofan a unui strat de material termoplastic pe o singură parte, tot în scopul impermeabilizării la apă şi vapori şi pentru o mai bună posibilitate de lipire.

Condiţii de calitate pentru celofan. Celofanul se produce în următoarele sortimente (tabelul 27).

— *Celofan normal incolor sau colorat* — peliculă celulozică transparentă, flexibilă, netedă, fără striaţii, cu permeabilitate mare la vapori de apă, rezistenţă la uleiuri, grăsimi şi solvenţii organici.

— *Celofan lăcuit* — luciul se datoreşte aplicării unei pelicule de lac incolor care dă produsului o bună rezistenţă la vapori de apă. Se pretează la sterilizare. Se poate termosuda la 90—140°C.

Pelicula de celofan sub formă de role, coli sau confecţii se păstrează în condiţii climatice corespunzătoare (temperatura maximă 20°C şi umiditate maximă 5%).

Celofanul, în special cel lăcuit, fiind un produs uşor inflamabil, la depozitare se va ţine seama de normele de protecţie împotriva incendiilor (P.C.I.).

Scanned with OKEN Scanner

F. FIBRE CELULOZICE SPECIALE DE MARE REZISTENȚĂ

În ultimii ani au apărut fibre de hidrat-celuloză de tip nou, ca urmare a cerințelor pe plan mondial de fibre cu proprietăți remarcabile. Avantajul acestor fibre constă în valori superioare rezistenței la tracțiune în stare uscată și umedă, cu alungire mai redusă, care le apropie de fibrele sintetice, păstrînd în același timp higroscopicitatea specifică celofibrei.

Fibrele celulozice superioare sînt, în general, tip bumbac și se utilizează în amestec cu fibre sintetice sau de bumbac natural.

Sînt cunoscute două categorii de fibre celulozice superioare, după specificul procesului tehnologic aplicat :

— *Fibre polinozice* care se bazează pe menținerea unui grad de polimerizare al celulozei ridicat în fazele chimice și în produsul finit.

— *Fibre cu modul umed înalt* (cu denumirea internațională HWM) care se bazează pe utilizarea modificatorilor, în mod similar ca la fabricarea cordului. Caracteristicile băilor la obținerea fibrelor HWM sînt date în tabelul 28.

În ultimii ani se cunosc procedee tehnologice combinate pe baza celor două procese tehnologice amintite, care conduc la o fibră convenabilă din punct de vedere calitativ și economic (exemplu fibra Airon PL-500 Italia).

Tabelul 28

Condițiile de lucru la obținerea fibrelor HWM

Viscoza		Baia de coagulare	Baia de plastifiere
α-Celuloză	5,0%	H_2SO_4 44—48 g/l	
NaOH	4,5%	$ZnSO_4$ 44—48 g/l	H_2SO_4 15—20 g/l
		Densitate 1,15—1,18	
Sulf	2,0%	Modificator 0,7—1 g/l	Temperatura 96—97°C
Viscozitate	60—80 s	Temp. 52—30 °C	
		Viteza de filare 20—30 m/min	
Modificatori	4%	Etirare 150—200%	
Indice maturație (NaCl)	8—9	Claritate >500 cm	
Indice game	50		
Claritate	>500 cm		

Scanned with OKEN Scanner

Pentru toate aceste tipuri se cunosc diferite variante tehnologice, care privesc tot ansamblul de parametri specifici.

Pe piața mondială sînt cunoscute diferite mărci de fibre cu proprietăți fizico-mecanice și fizico-chimice superioare fibrelor standard și care satisfac condițiile de la prelucrarea textilă.

Cele mai cunoscute fibre superioare utilizate la noi sînt : fibra Airon PL-500 (Italia), fibra 333-Lenzing (Austria) ambele de tip HWM, fibra X-62 (Japonia) de tip polinozic etc.

Producția de fibre polinozice, în general, nu se mai dezvoltă datorită faptului că procesul tehnologic nu este economic, iar față de proprietățile fibrei, care sînt bune, friabilitatea mult scăzută limitează utilizările.

Fibrele HWM prezintă, în general, rezistențe ceva mai mici decît cele polinozice, dar suficient de ridicate în raport cu fibra normală, solubilitate mai ridicată la alcalii, nu este friabilă, avînd în același timp un modul umed ridicat. Producerea fibrelor HWM este mai economică decît a fibrelor polinozice, în primul rînd pentru că permit viteze de filare mai mari și în al doilea rînd materia primă (tipul de celuloză) este mai accesibilă.

Aceasta este explicația extinderii pe plan mondial a fibrelor de tip HWM în diferite variante.

În Republica Socialistă România, pe baza cercetărilor realizate de ICECHIM și Combinatului de fibre artificiale Brăila se va dezvolta producția unei fibre celulozice superioare de tip HWM, într-o instalație care va intra în funcțiune în 1982, după o tehnologie proprie, dezvoltată și pe platformele Suceava și Dej.

Specificul fabricării fibrelor celulozice superioare. *Materia primă* — celuloza — destinată fibrelor celulozice superioare este, în general, o celuloză chimică înnobilată, de tipul celei utilizate pentru cordurile de mare rezistență. De menționat că pentru cazul fibrelor de tip HWM este posibilă și utilizarea celulozelor chimice din fag, ceea ce este un avantaj economic.

Celuloza pentru fibre superioare se caracterizează în principal printr-un conținut mediu de α-celuloză de 93—94% și un grad mediu de polimerizare ridicat, de 900—1000.

Prepararea viscozei pentru filare și utilajele de preparare sînt, în general, aceleași ca pentru soluțiile de viscoză normală.

Parametrii soluției de filare sînt total diferiți, în sensul că se obține o coagulare rapidă și o descompunere lentă a xantogenatului, cu un decalaj suficient între procesul de coagulare și procesul de descompunere, pentru a se aplica etirarea în stare plastică

Scanned with OKEN Scanner

a fibrei formate. Prin aceasta se asigură structura fibrei corespunzătoare calității deosebite.

Cu toate că fiecare firmă își corelează convenabil parametrii în funcție de condițiile constructive ale mașinii de filare și nu se pot da valori absolute pentru parametrii principali, principiile generale de lucru sînt aceleași și se caracterizează prin :

— utilizarea unei celuloze cu conținut mediu sau mare de α-celuloză ;

— prematurarea moderată a alcalicelulozei fără depolimerizare, pentru obținerea unei viscozități mari a soluției de viscoză ;

— un grad de sulfurare a alcalicelulozei mai ridicat ;

— raportul NaOH celuloză modificat prin scăderea celulozei și creșterea conținutului de alcalii față de celuloză, pentru obținerea unei viscoze stabile cu plasticitate mai mare ;

— indice de esterificare ridicat ;

— micșorarea maturării soluției de filare, care să permită etirarea ușoară ; aceasta se obține la un indice de maturare mai mare decît la viscoza normală ;

— adaosul de modificatori pentru reglarea procesului de coagulare ,etirabilitate și claritatea soluțiilor de viscoză.

Filarea se caracterizează prin :

— viteze de filare mai mici ;

— concentrații mai mici în băile de coagulare ;

— aplicarea etirării în două sau mai multe trepte, prima fiind mai puternică și aplicată în zona imediată după coagulare, în starea plastică a fibrei ;

— aplicarea etirării în băi de plastifiere ;

— fixarea fibrei în stare relaxată pentru stabilizarea structurii ;

— imersie mai lungă în baia de coagulare ;

— circulație îmbunătățită a băilor, pentru menținerea concentrației ;

— adaos de modificări în baia de coagulare, pentru a se obține o claritate perfectă.

Se utilizează o mașină de filare de construcție specială, pentru a permite realizarea tuturor operațiilor tehnologice amintite care determină proprietățile fibrei.

Linia modernă de fabricare a celofibrei HWM și standard. Realizarea calității celofibrei cu modul umed ridicat este în mare măsură determinată de condițiile pe care le asigură linia de filare prin concepția ei, ceea ce a condus la necesitatea perfecționării acestora.

Scanned with OKEN Scanner

Noile instalații de celofibră amplasate pe platformele Brăila, Suceava și Dej, cu termene de punere în funcțiune în 1982 și 1983, au fost prevăzute cu linii de filare de tip îmbunătățit, care asigură posibilitățile de realizare a unor indicatori tehnico-economici superiori față de liniile obișnuite, atît pentru celofibră standard cît și pentru celofibrele superioare.

Schema de principiu a liniei complete de celofibră cuprinzînd filarea și finisarea este prezentată în fig. 42.

Instalația este montată pe 3 nivele, ca să asigure fluxul tehnologic și transportul prin cădere liberă a produsului pe diferitele faze intermediare.

Mașina de filare este prevăzută cu filare verticală și utilizează grupuri de filiere pentru asigurarea coagulării uniforme.

Partea de filare este dotată în mod obișnuit cu pompete, filtre, tuburi și monturi pentru filiere, ca la procedeele clasice.

Spațiul de filare este bine închis din punct de vedere constructiv, asigurîndu-se o ventilație corespunzătoare, atît pentru eliminarea noxelor cît și pentru recuperarea sulfurii de carbon din gaze.

Cablurile mici, corespunzător filierelor, sînt colectate treptat într-un cablu unic, care înaintează în continuare din zona de filare la etirare, fiind preluat de primul grup de valțuri de etirare.

Între grupul I și II de etirare se execută etirarea cablului. Raportul de etirare aplicat este un parametru de bază și valoarea lui este determinată de starea de plasticitate a cablului filat.

În cazul celofibrelor superioare se lucrează cu modificatori în viscoză și în baia de coagulare, ceea ce permite distanțarea momentului de coagulare de momentul de descompunere, menținînd plasticitatea cablului în zona de etirare, ceea ce asigură valorile mari de rezistență pentru acest tip de fibre.

Din schemă se poate vedea că între grupele de etirare cablul trece printr-o baie de plastifiere în apă caldă, tot pentru a permite întinderea acestuia și în același timp se îndepărtează sulfura de carbon reziduală, care se recuperează din gazele absorbite din acest punct.

După etirare cablul este tăiat la lungimile solicitate pentru fibră, în stare acidă și prin cădere liberă se alimentează mașina de tratare de la nivelul 2.

Pe acest utilaj fibra tăiată este supusă treptat, în proces continuu, operațiile de spălare, desulfurare, albire, avivare în mai multe zone distincte ale agregatului.

Gazele din prima zonă a mașinii de tratare sînt dirijate la recuperare.

Scanned with OKEN Scanner

De la mașina de tratare fibra, cu un grad de stoarcere corespunzător prin intermediul unui destrămător este alimentată la uscătorul continuu cu tambur. În continuare fibra uscată este transportată pneumatic, în mod obișnuit, la presele de balotare.

Tăierea, tratarea și uscarea celofibrei HWM se face la fel ca la celofibra standard și pe același tip de utilaje.

Caracteristicile principale ale fibrelor HWM sînt :

Titru	1,5
Tenacitate condiționlă, gf/den	3,6 3,7
Tenacitate umedă, gf/den	2,6 2,8
Rezistență relativă la umed, %	73,5 75,0
Alungire condiționlă, %	13,6 14,6
Alungire umedă, %	17,3 18,1

Fibrele HWM se utilizează în amestec cu bumbacul, fibre poliamidice și fibre poliesterice.

Principalele obiective de control în fabricarea firelor și fibrelor de viscoză, pentru asigurarea continuității și calității

Prezentarea generală făcută pentru această fabricație scoate în evidență complexitatea problemelor și necesitatea de cunoaștere detaliată a factorilor care pot influența buna funcționare a instalațiilor. În același timp trebuie să se acționeze permanent pentru buna funcționare a fazelor care execută recuperarea în circuit a unor materii prime, în general deficitare, și a operațiilor de evacuare a gazelor nocive, procese secundare care asigură economicitatea de ansamblu.

Principalele obiective de control tehnic sînt :

— *verificarea caracteristicilor celulozei și dirijarea strictă* după recepturile stabilite pe fiecare tip de viscoză ;

— *verificarea la o frecvență concludentă a parametrilor fizico-chimici* ai viscozei în funcție de tipul de viscoză, prin analize de laborator pe schimburi ;

— *verificarea compoziției băii de coagulare*, a volumului de baie recirculat pe filieră și oră inclusiv claritatea și gradul de impurificare.

— *controlul concentrației modificatorilor* și a *calității acestora* pentru viscozele modificate, precum și auxiliarilor specifici ;

— *starea de curățenie* a găleților, conducătorilor pe traseele parcurse de fire, eliminarea sărurilor depuse și a pieselor cu suprafață groasă, asperități sau fisuri ;

— *starea de pregătire a filierelor* și montajul corect al acestora, ordinea și buna organizare a laboratorului de filiere, cu verificarea microscopică ;

Scanned with OKEN Scanner

— *verificarea pompetelor* de filare și îndepărtarea celor decalibrate ;

— *urmărirea filtrabilității soluției de filare,* starea filtrelor, respectarea contexturii materialelor filtrante și schimbarea la timp a acestora ;

— *uniformitatea dozării* matizantului, coloranților și altor aditivi (ignifuganți) ;

— *respectarea concentrațiilor* și a *temperaturii* agenților de spălare și tratare ;

— *verificarea temperaturii* la uscare ;

— *controlul condițiilor climatice obligatorii* pentru fiecare fază ;

— *organizarea exigentă a ambalării* pentru evitarea amestecului de sortimentele de finețe, tăiere, luciu etc. ;

— *urmărirea strictă a pierderilor,* asigurarea gradului de recuperare prevăzut pentru fiecare materie primă, îmbunătățirea continuă a consumurilor specifice ;

— *controlul noxelor,* în special la xantogenare, filare, recuperări, baia de filare etc.

Scanned with OKEN Scanner

PARTEA A TREIA

Fibre sintetice filate din topitură

Capitolul VI

FIBRE POLIAMIDICE

Fibrele poliamidice alcătuiesc o familie de fibre sintetice cu unele proprietăți superioare tuturor fibrelor naturale sau artificiale folosite pînă în prezent, motiv pentru care, de la apariția lor, au prezentat un interes general deosebit. Producția acestor fibre a marcat o continuă dezvoltare atît din punct de vedere al capacităților cît și al sortimentelor, încît pînă în perioada 1972—1975 a deținut ponderea cea mai mare din întreaga producție de fibre sintetice.

În ultimii ani deși fibrele poliesterice au preluat acest loc, fibrele poliamidice au rămas în continuare în structura producției de fibre sintetice o categorie principală și cu o gamă largă de utilizări.

Poliamidele din care se obțin fibre sintetice au fost descoperite de mult timp, dar importanța lor pentru industrie este cunoscută abia din anul 1932.

Poliamidele sînt substanțe macromoleculare, caracterizate prin faptul că structura catenei principale cuprinde o alternanță de grupe amidice NH între radicalii organici :

$$-[-CO-NH-R-]_n$$

Toate fibrele poliamidice conțin în molecula lor grupe NH, avînd proprietăți asemănătoare cu mătasea naturală, fiind considerate proteine sintetice.

Dintre numeroasele tipuri cunoscute pe scară industrială, cele mai răspîndite sînt :

— rășinile obținute prin polimerizarea caprolactamei denumite *poliamida 6* sau *nailon 6* ;

Scanned with OKEN Scanner

— răşinile obţinute prin policondensarea diacizilor şi a diaminelor, dintre care cea mai importantă fiind cea obţinută prin condensarea acidului adipic şi a hexametilendiaminei, cunoscută ca *poliamida 66* sau *nailon 66*.

Pentru o caracterizare mai simplă a poliamidelor se indică numărul atomilor de carbon şi al elementelor structurale. De exemplu, „poliamida 6" corespunde formulei —NH(—CH_2)$_5$—CO—. Această nomenclatură se aplică şi în cazul copoliamidelor, cu deosebirea că se indică şi proporţia componentelor din paranteză.

Numărul poliamidelor cunoscute în prezent a crescut foarte mult, în special a celor filabile. Cea mai mare importanţă pentru obţinerea industrială a fibrelor poliamidice o prezintă „poliamida 6".

În ţara noastră, la Uzina de fibre sintetice Săvineşti a fost în continuă dezvoltare producţia de fibre Relon din „poliamida 6" (policaprolactamă), iar în actualul cincinal se dezvoltă platforma Roman.

A. MATERII PRIME ŞI AUXILIARE PENTRU OBŢINEREA FIBRELOR DE POLICAPROLACTAMĂ

Pentru sinteza caprolactamei se folosec, ca materii prime şi auxiliare, fenolul, sulful, amoniacul, carbonatul de amoniu, acidul sulfuric oleum, benzenul, hidrogenul.

Pentru obţinerea policaprolactamei se folosesc : caprolactamă, acid acetic glacial, azot pur, difil (agent termic), acid azotic şi săruri pentru spălarea filierelor, iar pentru fazele de filare şi prelucrare textilă uleiuri de preparaţii diverse şi substanţe de avivare.

1. FENOLUL

Fenolul C_6H_5OH (STAS 6555/1971), este o substanţă cristalină, albă la temperatura obişnuită, cu miros caracteristic, avînd punctul de topire în jur de 40°C. Este solubil în apă într-un procent limitat, dar este miscibil cu alcoolul şi cu alţi dizolvanţi. Prin menţinere timp îndelungat îşi modifică culoarea devenind roz, culoarea închizîndu-se pe măsură ce este supus la temperatură mai mult timp sau la topiri repetate, ajungînd pînă la brun.

Fenolul se poate obţine plecînd de la benzen sau de la cumen.

După procedeul de obţinere, natura impurităţilor este şi ea diferită, ceea ce poate să condiţioneze comportarea în fabricaţie. Din această cauză, condiţiile tehnice nu se pot suprapune întocmai pentru ambele tipuri de fenol.

Scanned with OKEN Scanner

În cazul fenolului din cumen, conținutul în sulf este mic, în schimb apar impurități ca : izopropil-benzen, acetofenonă, α-metilstiren, oxid de mesitil care nu există în fenolul obișnuit. Aceste impurități pot influența activitatea catalizatorului de hidrogenare. Impuritățile inclusiv apa și omologii pot reduce valoarea punctului de congelare, deoarece această caracteristică este o măsură a purității produsului.

2. SULFUL

Se prezintă sub formă de bulgări, calupuri, sau praf de culoare galben-verzuie caracteristică. Este un element cu punct de topire în jur de 120°C. Poate prezenta diferite impurități, în funcție de sursa de obținere. O mare parte din sulful consumat de fabricile de fibre chimice este obținut din industria cocsochimică prin valorificarea superioară a sulfului din cărbuni.

3. ACIDUL SULFURIC OLEUM

Acidul sulfuric cu conținut în trioxid de sulf SO_3 liber, dizolvat în masă, se numește *„acid sulfuric oleum"*. Este produs în mai multe unități de acid sulfuric din țară. Este un lichid viscos, cu degajare puternică de SO_3 (vapori albi), la deschiderea vasului. Reacționează foarte violent, dacă se adaugă peste apă, deosebit de acidul sulfuric obișnuit, de aceea diluțiile în anumite cazuri se fac numai cu acid sulfuric monohidrat.

Acidul sulfuirc oleum prezintă o serie de proprietăți în funcție de conținutul în SO_3 liber. De exemplu, punctul de congelare este foarte variabil. Este important de cunoscut corelația între punctul de congelare și conținutul în SO_3 liber, pentru transportul în timpul iernii, cînd poate trece în formă solidă, producînd greutăți la descărcare. Este puternic corosiv, carbonizînd cu viteză mare orice substanță organică. De aceea se impun măsuri de precauție speciale.

Puritatea acidului sulfuric oleum pentru obținerea caprolactamei este o problemă mult discutată în sensul că, s-a dovedit a influența foarte mult calitatea caprolactamei.

Impuritățile pe care le poate conține în cantintăți variabile sînt suspensiile solide provenite din pirite, care se colectează în șlamuri.

Dacă acidul este menținut mai mult timp fără agitare, șlamul se depune și lichidul rămîne limpede. Uneori prezintă și carbonizări dizolvate care nu se pot separa, colorînd acidul în negru-brun.

Scanned with OKEN Scanner

4. BICARBONATUL DE AMONIU

Bicarbonatul de amoniu NH_4HCO_3 este o substanţă albă, cristalizată, cu miros puternic de amoniac, foarte sensibil la descompunere prin încălzire şi chiar prin menţinere timp îndelungat şi a fost utilizat iniţial la prepararea carbonatului de amoniu.

5. BENZENUL

Este un lichid mai uşor decît apa, cu miros caracteristic, inflamabil şi exploziv, cu punct de fierbere de 80°C.

Se obţine în industria cocsochimică din cărbune, la Hunedoara, şi din petrol, la Brazi.

Impurităţile din benzen pot influenţa în unele cazuri calitatea caprolactamei.

B. CAPROLACTAMA

1. CONDIŢII DE CALITATE ŞI METODE DE CONTROL

Caprolactama este principala materie primă respectiv monomerul corespunzător pentru producerea fibrelor poliamidice de tip nailon 6.

Calitatea caprolactamei este o problemă de importanţă deosebită pentru obţinerea unui polimer care să asigure caracteristicile corespunzătoare firelor rezultate şi mai ales omogenitatea structurală şi comportarea satisfăcătoare pe fazele de prelucrare textilă.

Caprolactama este o substanţă albă, higroscopică, cu miros caracteristic, solubilă în apă, cu masa moleculară 113.

Pentru aprecierea calităţii caprolactamei, în afară de valorile caracteristicilor principale, prezintă o importanţă deosebită aspectul salturilor acestor valori, care sînt mult mai nedorite pentru fabricaţie decît folosirea constantă a unui nivel calitativ mai scăzut.

O dificultate în această problemă este faptul că nu se cunosc încă cu certitudine toate impurităţile posibile care există în caprolactamă şi mai ales nu sînt posibilităţi curente de a le determina pe fiecare, nici pe faze, nici în produsul finit.

Proporţia acestor impurităţi este în general mică, de ordinul 10^{-6}—10^{-2}, totuşi efectele pe care le pot produce în polimer pot fi variate ca aspect şi gravitate.

În tabelul 29 sînt date caracteristicile caprolactamei standard.

Cifra de permanganat a fost multă vreme considerată drept criteriu absolut al calităţii caprolactamei. În prezent se cunosc şi

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 29

Caracteristici tehnice ale caprolactamei (STAS 7311-69)
Caprolactama se produce în 3 tipuri : A, B şi C.
Se recomandă a se utiliza tipul A şi B în instalaţii de polimerizare pentru fire cord şi fire textile continue

Caracteristici	Tip A	Tip B	Tip C
Miros	caracteristic		
Punct de congelare, °C, min.	68,8	68,6	68,5
Cifra de $KMnO_4$ s, min.	3000	1200	200
Baze volatile, mval/kg max.	0,4	0,8	1
Aciditate liberă, mval/kg max.	0,02	0,05	0,1
Alcalinitate liberă, mval/kg max.	0,08	0,10	0,15
Apă, % max.	0,05	0,10	0,15
Fier, p.p.m. max.	1	1	1
Culoare soluţie 50% (APHA) max.	5	10	15

alte caracteristici esenţiale pentru aprecierea calităţii unei caprolactame, fără însă ca cifra de permanganat să-şi piardă valabilitatea.

Cifra de permanganat este o măsură a impurităţilor organice din caprolactamă, şi se exprimă prin timpul, în secunde, în care se consumă 1 ml $KMnO_4$ 0,01 N introdus în 100 ml soluţie de 1% caprolactamă. Metoda este de fapt colorimetrică, întrucît prin consumarea permanganatului nu se ajunge la incolor, ceea ce ar fi mai simplu, ci se ajunge la o suspensie diluată de oxid de mangan de culoare galbenă-roz. De aceea, comparaţia se face faţă de o soluţie etalon, controlîndu-se în prealabil şi calitatea apei de diluţie, care poate da variaţii în rezultatul final.

Soluţia etalon se prepară prin dizolvarea în 1000 ml apă a 2,5 g azotat de cobalt $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ şi 0,01 g bicromat de potasiu $K_2Cr_2O_7$.

Proba şi etalonul sînt introduse în doi cilindri egali din sticlă transparentă şi observate într-un dispozitiv luminat special. Cronometrul se deschide odată cu introducerea primei picături de soluţie de permanganat şi se închide în momentul în care se egalizează culoarea soluţiei cu a etalonului.

Cu cît caprolactama conţine mai puţine impurităţi, cu atît timpul de consumare a permanganatului este mai lung.

O cifră de permanganat mare corespunde cu caprolactama mai bună, mai lipsită de impurităţi.

În afară de valoarea cifrei de permanganat, mai poate fi luată în considerare şi aşa-numita *curbă a cifrei de permanganat* care

Scanned with OKEN Scanner

pune în evidență raportul dintre produsele ușor oxidabile, față de cele greu oxidabile. Aceasta se poate observa urmărind modificarea coloraţiei pe parcurs în funcţie de timp.

În prezent, datorită unui procedeu special de purificare aplicat în ultimii ani, caprolactama produsă la C.F.S. Săvinești prezintă valori mari ale cifrei de permanganat (10 000—20 000 s).

Caprolactama cea mai pură este dirijată pentru polimerul destinat filării firelor cord.

Nivelul calitativ al caprolactamei este competitiv pe piaţa mondială prin valoarea ridicată a cifrei de permanganat şi conţinut redus în celelalte impurităţi faţă de limitele cunoscute şi admise pentru utilizarea la fire poliamidice.

De remarcat că se impune menţinerea constantă a caracteristicilor de calitate a caprolactamei pentru asigurarea unui grad de omogenitate satisfăcător polimerului.

Bazele volatile reprezintă impurităţile cu conţinut de amoniu din caprolactamă şi se determină prin tratarea probei cu hidroxid de sodiu şi antrenarea cantitativă a amoniacului rezultat în aparatele de distilare a amoniacului.

Conţinutul cît mai mic în baze volatile este un indice bun de caliate, întrucît prin introducerea lor în polimer pot să influenţeze masa moleculară acţionînd ca stabilizator în procesul de policondensare.

Conţinutul în fier se determină cu ajutorul reacţiei de culoare cu *o*-fenantrolină, care dă o coloraţie roşie.

Cantitativ se apreciază prin compararea probei cu o soluţie etalon cu conţinut cunoscut de fier, cu care s-a executat curba de etalonare a aparatului. Reacţia de culoare este sensibilă la 0,05 p.p.m. (10^{-6}%).

Urmele de ciclohexanonă-oximă din caprolactamă se determină tot colorimetric, pe baza unei reacţii de culoare cu acidul H, folosită şi în toxicologie, cu care se obţine o coloraţie roz de diferite intensităţi care permite colorimetrarea.

Culoarea caprolactamei este o determinare care măsoară impurităţile colorate din caprolactamă, care imprimă produsului diferite grade de alb. Măsurarea se efectuează tot colorimetric faţă de o soluţie etalon în grade Hazen.

Se prepară o soluţie de 65% caprolactamă în apă şi se compară cu scara etalon. În lipsa aparaturii se poate aprecia valoarea culorii şi cu eprubete colorimetrice.

Conţinutul în umiditate se determină prin metoda Karl Fischer care este foarte sensibilă şi poate asigura evidenţierea urmelor de apă în domeniul în care metodele obişnuite nu sînt sensibile.

Scanned with OKEN Scanner

Metoda oferă mare rapiditate în executare. În principiu, proba de analizat se introduce în paharul de titrare al aparatului, cîntărită exact, peste o cantitate de dizolvant anhidru neutralizat în prealabil cu reactivul Karl Fischer, după care se titrează în continuare cu reactiv Karl Fischer sub agitare pînă la trecerea culorii de la galben la brun.

Reactivul Karl Fischer este preparat din două soluții :

— soluția A — metanol anhidru și iod (150 g/l) ;

— soluția B — piridină anhidră conținînd circa 10% SO_2 liber.

Soluțiile A și B se amestecă înainte de introducerea în rezervorul biuretei în părți egale și se păstrează izolat de mediul înconjurător.

Prepararea reactivului este foarte sensibilă și necesită o tehnică specială.

Prin această metodă se determină apa din caprolactamă, fenol, benzen, ciclohexanol, granule de poliamidă, carbonat de etilenă, glicol, și alte materii prime și auxiliare din procesul de fabricație.

Metoda Karl Fischer este larg folosită la fabricarea fibrelor sintetice și se poate afirma că este o analiză de bază în conducerea fabricației.

2. TEHNOLOGIA DE FABRICARE A CAPROLACTAMEI DIN FENOL

Pentru obținerea industrială a caprolactamei sînt cunoscute mai multe procedee aplicate sau în perspectivă de aplicare și semnalate de literatura de specialitate în numeroase variante.

Pentru asigurarea calității, precum și din motive de specializare, în țara noastră caprolactama se produce în cadrul sectorului de fibre, spre deosebire de alți producători care achiziționează materia primă din diferite surse.

În R. S. România se aplică industrial pe platforma Săvinești procedeul din fenol în două instalații și procedeul din benzen într-o instalație de capacitate mai mare pusă în funcțiune în 1974.

Procesul tehnologic de fabricare a caprolactamei din fenol cuprinde următoarele faze distincte :

— hidrogenarea fenolului cu formarea ciclohexanolului ;

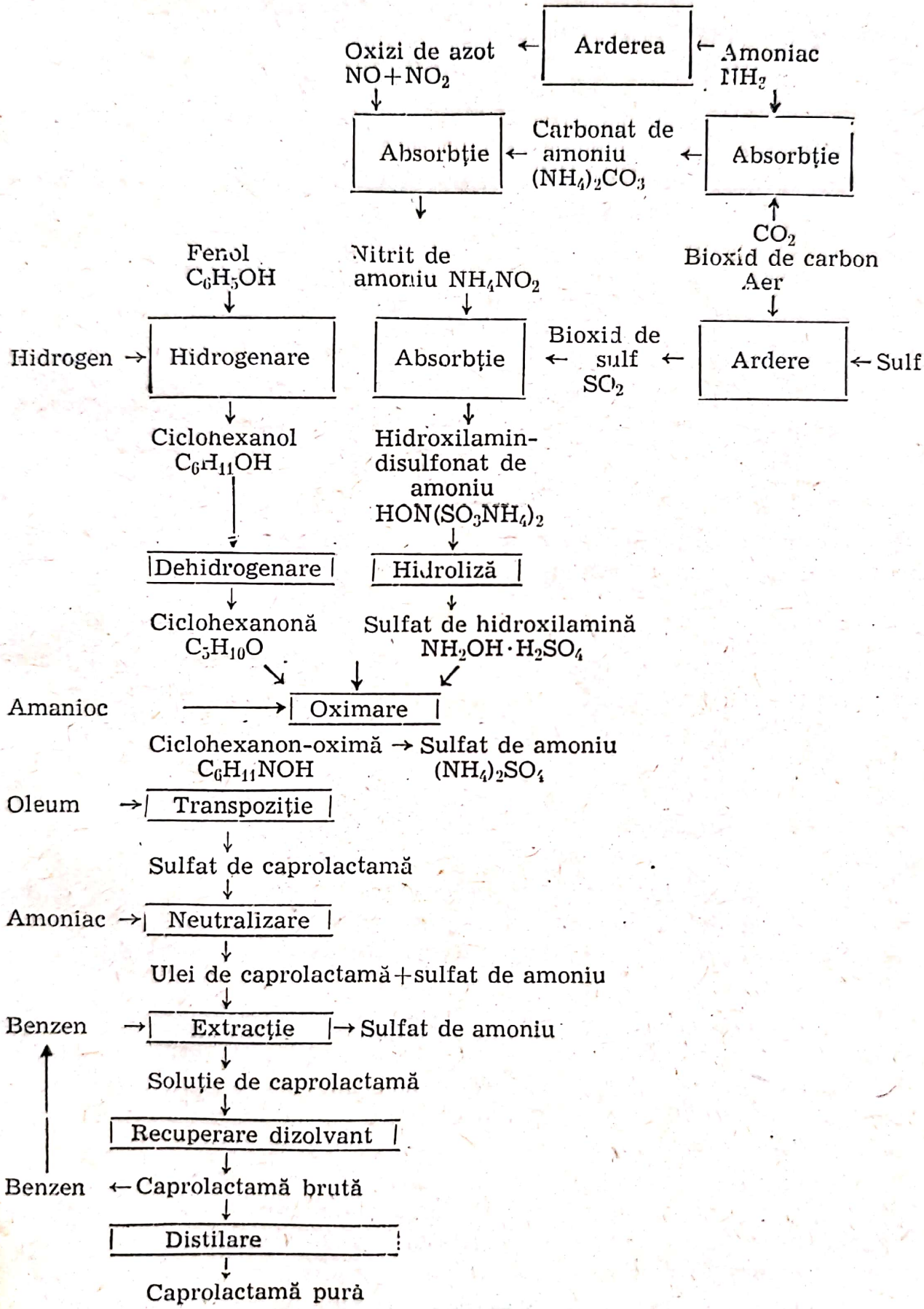
— dehidrogenarea ciclohexanolului cu formarea ciclohexanonei ;

— prepararea sulfatului de hidroxilamină ;

— oximarea ciclohexanonei cu obținerea ciclohexanon-oximei ;

— transpoziția ciclohexanon-oximei, obținerea sulfatului de caprolactamă și neutralizarea acestuia pentru obținerea caprolactamei brute ;

Scanned with OKEN Scanner



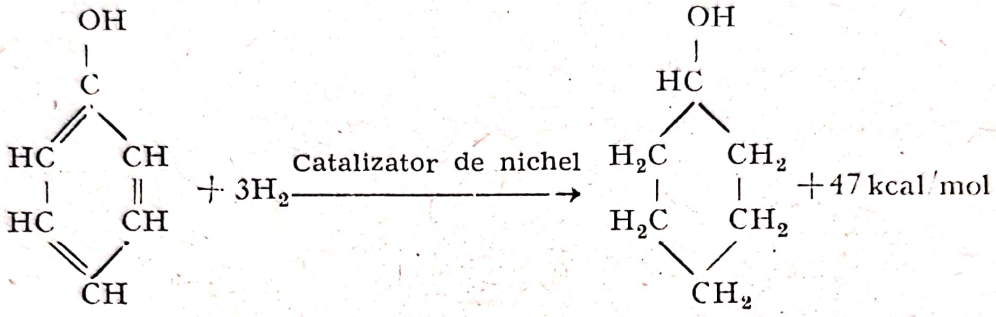
Scanned with OKEN Scanner

— purificarea produsului brut și obținerea caprolactamei pure.

Fluxul tehnologic la fabricarea caprolactamei poate fi reprezentat prin următoarea schemă :

În continuare se face o scurtă descriere a procesului tehnologic în ordinea fazelor de fabricație.

Obținerea ciclohexanolului (hidrogenarea fenolului). Hidrogenarea fenolului cu transformarea acestuia în ciclohexanol are loc după reacția :



Este o reacție catalitică care are loc la o presiune de 20 at, într-un exces de 2—3 ori hidrogen, în fază gazoasă, în prezența catalizatorului de nichel.

Catalizatorul folosit în mod curent este pregătit special sub formă de tablete, constituit din 50—60% nichel redus și oxid de aluminiu, care trebuie să prezinte o rezistență suficientă pentru a nu se zdrobi la așezarea lor în țevile reactorului sau în timpul funcționării.

Activitatea catalizatorului se modifică în timp, în funcție de impuritățile din fenol. Curba de îmbătrînire este, în general, dependentă și de tipul de catalizator folosit, și de instalație.

Impuritățile din fenol, în special sulful, gudroanele și componentele polimerizabile pot reduce simțitor durata de funcționare a catalizatorului, ceea ce influențează nefavorabil prețul de cost al producției în cazul schimbărilor repetate.

Unele impurități pot reduce activitatea catalizatorului prin blocarea porilor tabletelor, împiedicînd astfel contactul dintre reactanți.

La Combinatul de fibre sintetice Săvinești o șarjă de catalizator pentru faza de hidrogenare, datorită purității fenolului, are o durată de funcționare cuprinsă între 12 și 18 luni.

În paralel cu reacția principală de formare a ciclohexanolului mai au loc și o serie de reacții secundare, rezultînd în produsul brut următoarele componente : ciclohexenă, ciclohexan, ciclohexanonă, benzen și fenol.

Schema procesului de hidrogenare este reprezentată în fig. 43.

Scanned with OKEN Scanner

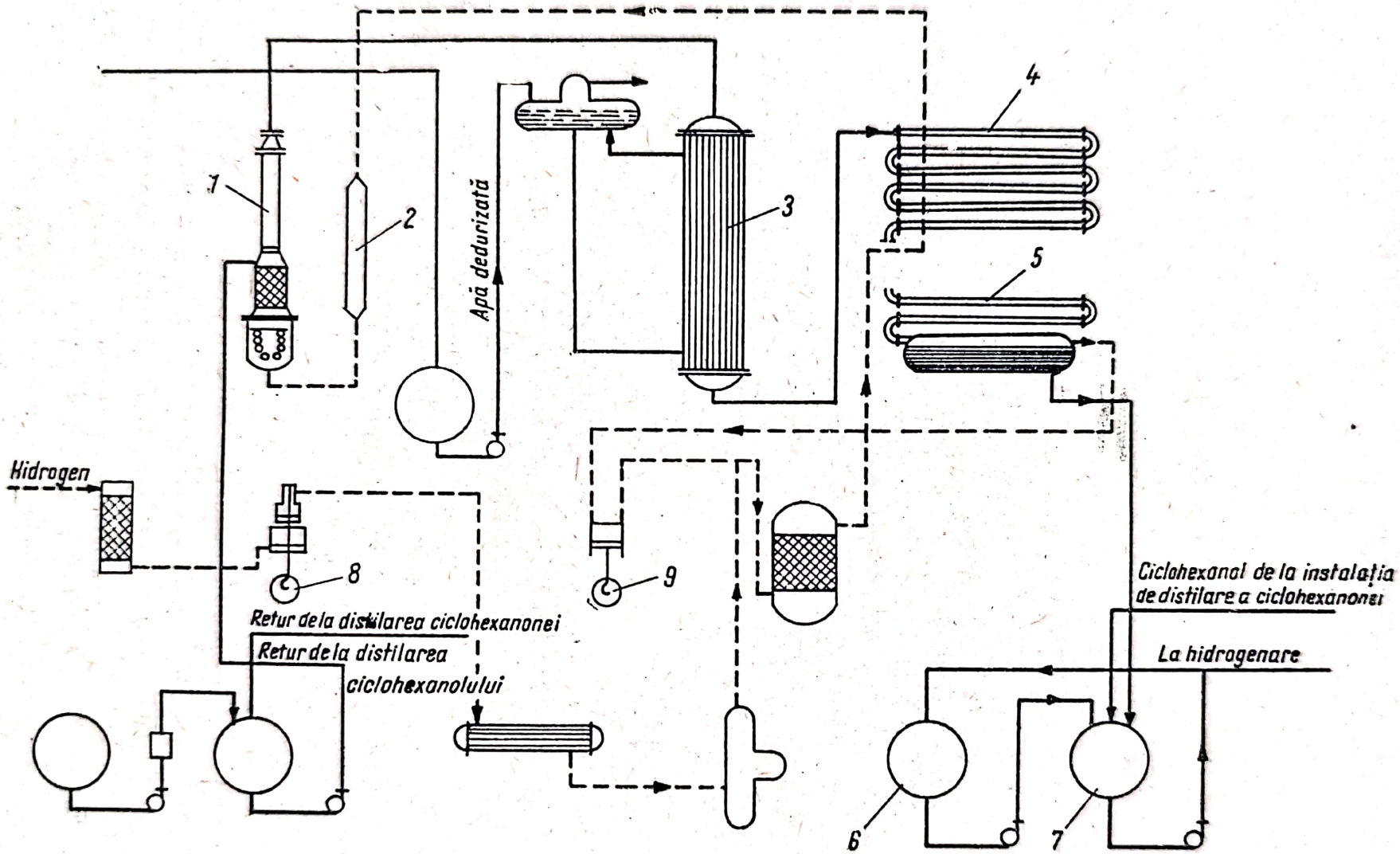


Fig. 43. Schema instalației de hidrogenare a fenolului :

1 — evaporotor de fenol ; *2* — preîncălzitor ; *3* — reactor de hidrogenare ; *4* — schimbător de căldură ; *5* — răcitor ; *6, 7* — rezervor pentru ciclohexanol ; *8, 9* — compresoare pentru hidrogen.

Scanned with OKEN Scanner

Produsul brut conţine 95% ciclohexanol. După distilare în două coloane se obţine o fracţiune uşoară, conţinînd produsele cu punct de fierbere coborît (ciclohexan, ciclohexenă, benzen şi apă) o fracţiune medie, conţinînd ciclohexanol şi ciclohexanonă şi o fracţiune grea conţinînd fenol nereacţionat, gudroane, reziduuri.

Fenolul din rezervor, în stare topită, este trecut cu ajutorul unei pompe în evaporatorul de fenol. În acelaşi timp se trimite, tot în evaporatorul de fenol, hidrogen pur, comprimat în prealabil, în compresoare speciale în trei trepte pînă la 22 at.

Hidrogenul barbotează în fenolul topit şi antrenează vaporii de fenol. Amestecul de hidrogen cu vaporii de fenol este adus la temperatura de reacţie cu ajutorul unui preîncălzitor şi apoi introdus în reactorul de hidrogenare.

În reactor, catalizatorul este dispus în spaţiul tubular (1 200 ţevi) şi funcţionează la temperatura de 145—160°C.

Prin trecerea gazelor de reacţie prin spaţiul intratubular al reactorului se formează ciclohexanol. Căldura de reacţie este preluată de apa rece care circulă în spaţiul intertubular. Amestecul de reacţie conţinînd vapori de ciclohexanol şi hidrogen, trece printr-un alt schimbător de căldură, unde condensează ciclohexanolul, parţial, şi se preîncălzeşte hidrogenul care vine înapoi la evaporatorul de fenol.

Ulterior, prin răcire totală, ciclohexanolul se condensează şi trece într-un vas separator de unde hidrogenul se separă şi este adus din nou în circuit împreună cu hidrogen proaspăt.

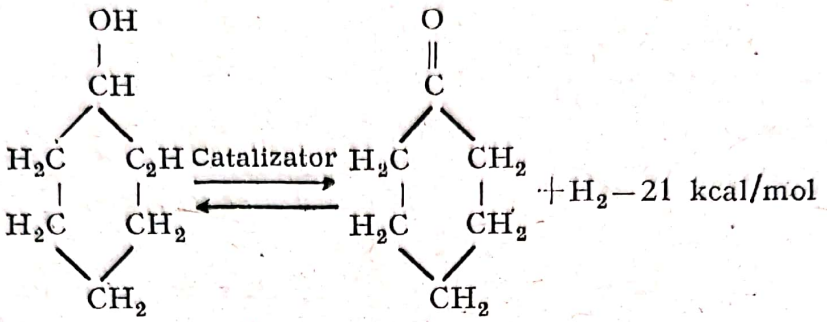
Ciclohexanolul degazat se trece în vasul de depozitare, de aici este trimis în două coloane de rectificare, iar produsul pur rezultat de la a doua coloană se trimite direct, în stare de vapori, la faza următoare. Din blazul ultimei coloane de distilare se extrage continuu fenol, produse de condensare şi gudroane, din care se poate recupera fenolul prin distilare.

Procesul de hidrogenare este automatizat, asigurîndu-se alimentarea constantă şi controlată a cantităţilor de fenol, a hidrogenului cît şi parametrii reacţiei de hidrogenare şi temperaturile coloanelor de distilare.

Ciclohexanolul purificat este un lichid incolor, cu miros aromatic caracteristic, cu punct de fierbere, la 760 mm Hg, de 160°C, punct de congelare de 23,9°C şi puncte de inflamabilitate de 67,2°C.

Scanned with OKEN Scanner

Obținerea ciclohexanonei (dehidrogenarea ciclohexanolului). Ciclohexanona se produce prin dehidrogenarea catalitică a ciclohexanolului, după următoarea reacție :



Reacția are loc la presiune normală în prezența catalizatorilor metalici (aliaj de fier și zinc, sub formă de inele, sau cupru redus pe suport inert, bastonașe din oxizi de fier cu săruri de crom etc.). Reacția este endotermă (are loc cu absorbție de căldură). Se utilizează un reactor tubular în care este introdus catalizatorul. Pentru realizarea cît mai exactă a temperaturii se folosește încălzirea cu agent termic care este încălzit cu combustibil. Datorită temperaturii de reacție de 380°C, cel mai corespunzător agent termic pentru acest scop este mercurul. Utilizarea mercurului sub formă de vapori presupune măsuri severe pentru asigurarea etanșeităților instalației și măsuri speciale constructive.

Randamentul de transformare a ciclohexanolului în ciclohexanonă este, în condițiile curente, 80—85%, obținîndu-se ciclohexanonă brută.

Produsul brut se purifică prin distilare în coloane de mare eficacitate, pentru a se îndepărta ciclohexanolul care este impuritatea principală, a cărui separare este foarte dificilă datorită faptului că punctele lor de fierbere sînt apropiate la presiune normală, avînd o diferență de numai 5°C.

În tabelul 30 sînt date caracteristicile principale ale ciclohexanonei brute și purificate.

Conținutul de ciclohexanol rămas în ciclohexanonă, de peste 0,1—0,2%, duce la reacții secundare în fazele de oximare și transpoziție obținîndu-se o caprolactamă de calitate inferioară.

Descrierea procesului de dehidrogenare. Schema procesului de dehidrogenare este reprezentată în fig. 44.

Vaporii de ciclohexanol pur sînt trimiși în preîncălzitor si apoi în supraîncălzitor pentru a ajunge la temperatura necesară reacției. După aceea sînt conduși în reactor. Inelele de catalizator (numite inele Lessing) sînt așezate în tuburile reactorului.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 30

Caracteristicile principale ale ciclohexanonei brute și purificate

Caracteristici	Ciclohexanonă brută	Ciclohexanonă purificată
Aspectul și mirosul	Lichid slab colorat, aproape incolor, cu miros specific	Lichid incolor, miros specific, iritant
Punctul de fierbere la 760 mm Hg, °C	—	154 —156
Indicele de refracție la 20°C	—	1,4505— 1,4509
Greutatea specifică la 15°C, gf/cm³	—	0,951
Punctul de congelare, °C	—	— 31,2
Punctul de inflamabilitate, °C	—	47
Concentrația în ciclohexanonă, %	80 —85	min. 99,5
Ciclohexanol, %	13 —17	0,1 — 0,3
Ciclohexan, %	0,2 — 0,3	0,03 — 0,05
Ciclohexenă, %	0,03— 0,05	0,01 — 0,03
Apă, %	0,2 — 0,3	0,1 — 0,2
Fenol, %	0,1 — 2	max. 0,1
Ciclohexadienă, %	urme	urme
Benzen, %	max. 0,1	max. 0,04—0,05

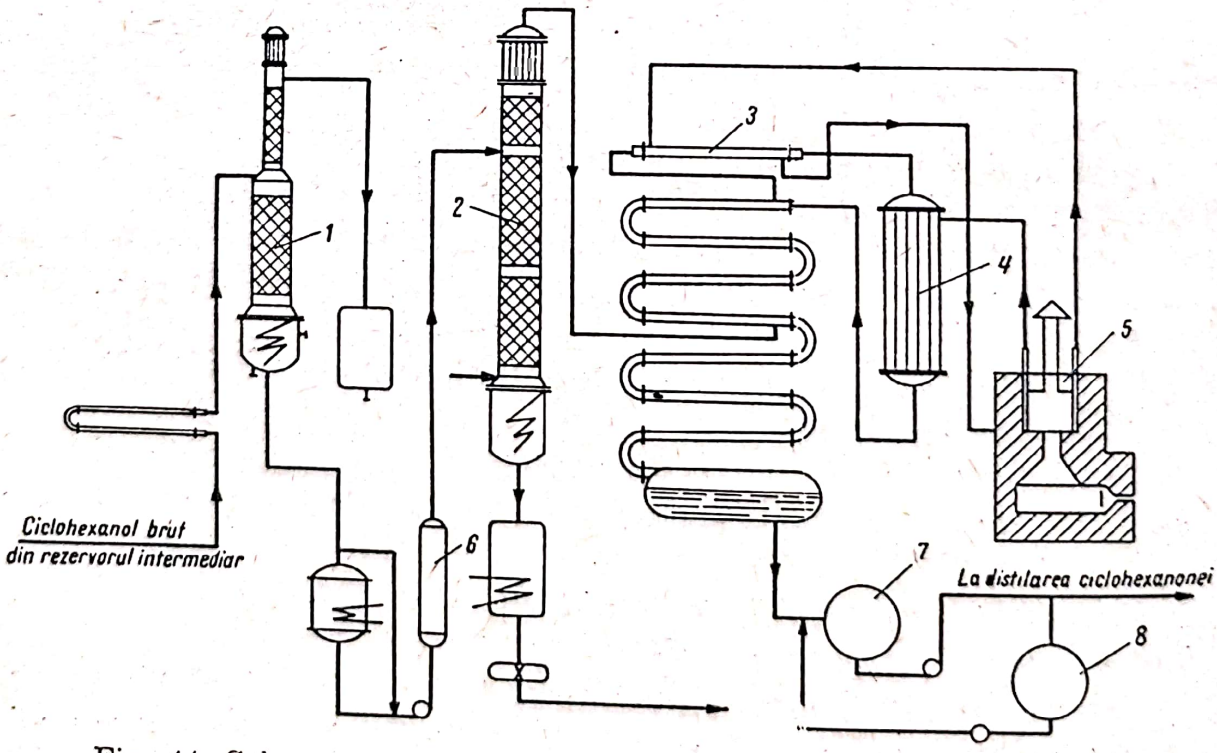


Fig. 44. Schema instalației de dehidrogenare a ciclohexanolului :
1, 2 — coloana de distilare ; *3* — schimbător de căldură ; *4* — reactor de dehidrogenare ; *5* — sobă de mercur ; *6* — preîncălzitor ; *7, 8* — rezervoare.

Scanned with OKEN Scanner

În spațiul intertubular vaporii de mercur, utilizați ca agent termic, asigură temperatura de reacție (380°C).

Vaporii de ciclohexanol trecînd peste catalizatorul din tuburile reactorului sînt colectați la baza reactorului, printr-un condensator, sub formă de ciclohexanonă brută.

Excesul de hidrogen se evacuează prin intermediul unui separator de hidrogen și ulterior se trece ciclohexanona brută în vasul de depozitare.

În continuare sînt alimentate fazele de purificare care se efectuează prin distilare și rectificare.

În prima treaptă se îndepărtează produsele cu punct de fierbere coborît și în a doua coloană de rectificare se separă ciclohexanona pură de celelalte produse.

Odată cu distrugerea stratului de zinc de pe inelele de catalizator scade activitatea acestuia.

Pe fluxul tehnologic, parametrii de bază sînt reglați automat ca : temperatura reacției de hidrogenare, alimentarea reactorului și a coloanei de distilare, temperatura și vidul la coloanele de distilare, rația de reflux și recepția produsului pur la distilare.

Obținerea sulfatului de hidroxilamină. Sulfatul de hidroxilamină reprezintă faza anorganică din procesul de obținere a caprolactamei. Acesta reacționează cu ciclohexanona în faza de oximare.

Materiile prime pentru obținerea sulfatului de hidroxilamină sînt : sulful, amoniacul, bicarbonatul de amoniu, iar fabricarea cuprinde următoarele faze :

— prepararea soluției de carbonat de amoniu ;
— arderea amoniacului pentru obținerea oxizilor de azot ;
— fabricarea nitritului de amoniu prin barbotarea oxizilor de azot în soluție de carbonat de amoniu, la temperatură joasă ;
— arderea sulfului pentru producerea bioxidului de sulf ;
— obținerea produsului intermediar, hidroxilamină-disulfonat de amoniu prin barbotarea bioxidului de sulf în nitrit de amoniu ;
— hidroliza la cald a hidroxilamin-disulfonatului din faza precedentă cu formarea sulfatului de hidroxilamină.

Reacțiile principale din această fază sînt :

— Obținerea oxizilor de azot prin arderea amoniacului pe catalizator de platină :

$$2NH_3+3O_2 \xrightarrow{\text{Catalizator}} NO_2+NO+3H_2O+122 \text{ kcal.}$$

Oxizii de azot reacționează în continuare cu carbonatul de amoniu.

$$NO_2+NO+2(NH_4)_2CO \rightarrow 2NH_4NO_2+2CO_2+H_2O$$

$$NO_2+NO+2(NH_4)_2CO_3+H_2O \rightarrow 2NH_4NO_2+2NH_4HCO_3.$$

Scanned with OKEN Scanner

Reacţia are loc cu randament mare la temperaturi cuprinse între 0 şi 5°C ; la temperaturi mai înalte, nitritul se descompune. În continuare, nitritul de amoniu format va reacţiona în altă fază cu bioxidul de sulf formînd disulfonatul (reacţia se desfăşoară în exces de amoniac) :

$$NH_4NO_2 + 2SO_2 + NH_3 + H_2O \rightarrow HON(SO_3NH_4)_2 + 71 \text{ kcal.}$$

Reacţia are loc la temperaturi cuprinse între 0 şi 5°C pentru a împiedica scăderea randamentului prin descompunere şi la un *p*H acid cuprins între 1,8—2,2 riguros controlat, deoarece reprezintă parametrul de bază al reacţiei.

Datorită prezenţei bioxidului de sulf, amestecul de reacţie este puternic corosiv şi ridică probleme speciale de construcţie a instalaţiei pentru a elimina opririle datorită coroziunii.

În continuare, pentru obţinerea sulfatului de hidroxilamină, disulfonatul se hidrolizează la 100°C timp de 4—5 ore, cînd transformarea este totală după următoarea reacţie :

$$HON(SO_3NH_4)_2 + 2N_2O \rightarrow HONH_2 \cdot H_2SO_4 + (NH_4)_2SO_4$$

La descompunerea nitritului de amoniu, datorită gazelor de azot rezultate, culoarea soluţiei devine galbenă. Sulfatul de hidroxilamină este instabil în timp şi îşi modifică concentraţia, motiv pentru care nu se recomandă depozitarea pe timp îndelungat (cîteva zile).

Bioxidul de sulf se obţine prin arderea sulfului cu aer într-o instalaţie specială compusă din :

— topitor de sulf şi rezervor de sulf topit cu decantarea impurităţilor ;

— pompă de sulf topit şi injectarea în sistemul de ardere al cuptorului ;

— cuptor de ardere ;

— suflantă de aer, care transportă aerul necesar filtrat şi prin intermediul unui schimbător de căldură, este condus la injectorul de ardere, unde are loc arderea la 1 100—1 150°C.

Gazele de ardere după ce străbat spaţiul unui generator de abur, producînd abur de 20 at, trec printr-un schimbător de căldură. Gazele conţin 11—12% SO_2 şi sînt trecute în turnul de spălare umedă a trioxidului de sulf, existent în gaze, sub formă de acid sulfuric care este evacuat. Gazele conţinînd bioxid de sulf, prin intermediul unui filtru electric sînt trimise cu o suflantă specială la baza turnului de absorbţie pentru formarea disulfonatului în proces continuu.

Schema instalaţiei de obţinere a sulfatului de hidroxilamină este reprezentată în fig. 45.

Scanned with OKEN Scanner

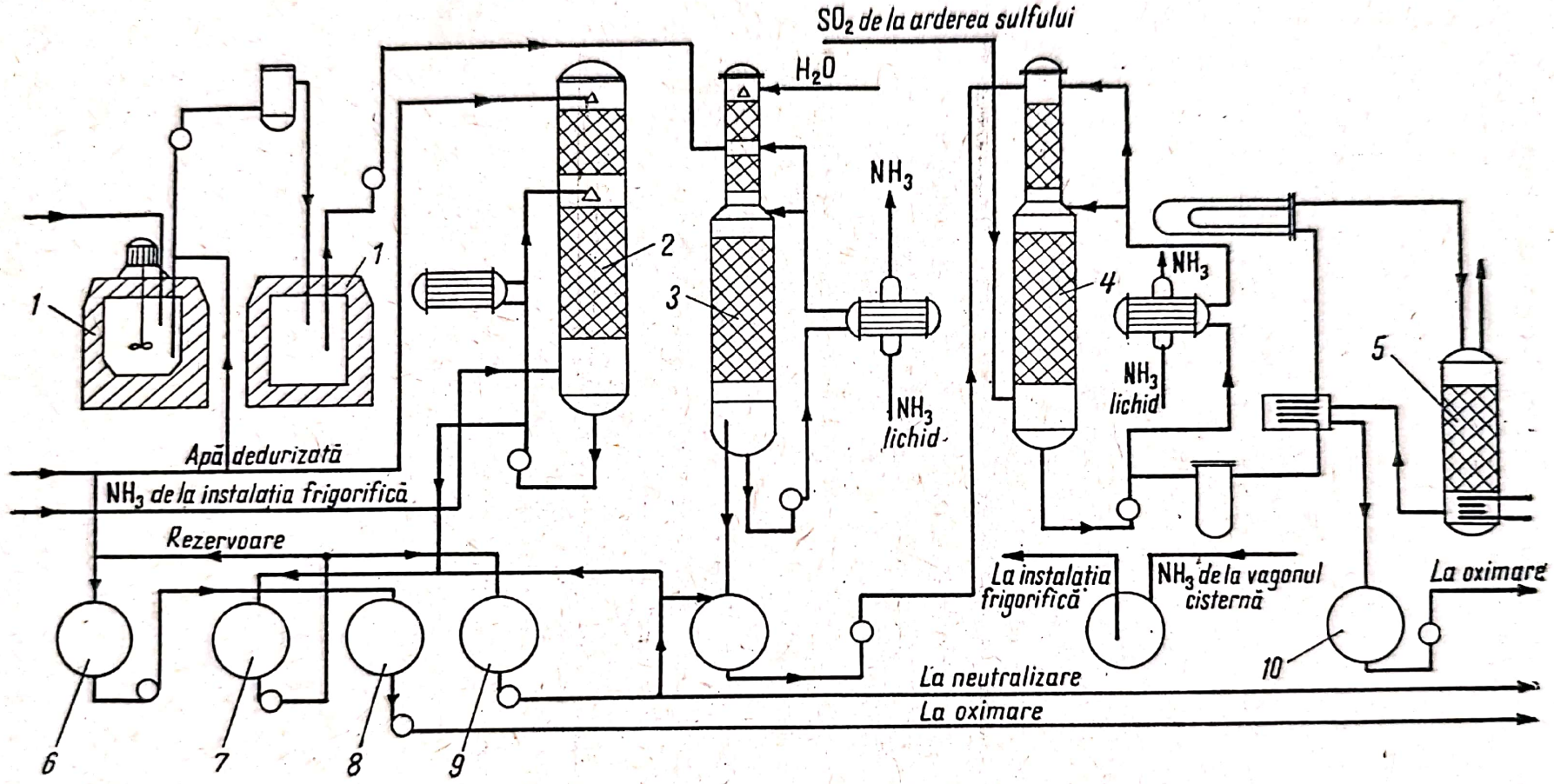


Fig. 45. Schema instalației de obținere a sulfatului de hidroxilamină :

1 — bazine de carbonat de amoniu ; *2, 3* — turnuri de absorbție a nitritului ; *4* — turn pentru obținerea disulfonatului ; *5* — turn de hidroliză ; *6—9* — rezervoare de amoniac ; *10* — vas de depozitare a hidroxilaminei.

Scanned with OKEN Scanner

Nitritul de amoniu se alimentează pe la partea superioară în contracurent cu gazele care conţin bioxid de sulf. Soluţia este recirculată.

Nitritul de amoniu se obţine într-un turn de absorbţie încărcat cu inele Raschig, pentru îmbunătăţirea contactului între faza lichidă şi gaze. În acest turn se alimentează soluţia de carbonat de amoniu în contracurent cu oxizii de azot proveniţi din instalaţia de ardere a amoniacului. Soluţia de carbonat de amoniu este continuu recirculată şi răcită. Oxizii de azot sînt obţinuţi într-o instalaţie separată, prin arderea amoniacului pe catalizator de sită Platin-Rhodiu într-un reactor special la 800°C.

Amestecul amoniac-aer la concentraţia de 10—12% este dozat automat, preîncălzit şi filtrat şi apoi trecut în reactorul de ardere catalitică, unde se obţine amestecul de oxid şi bioxid de azot, care după o răcire bruscă în două trepte sînt trimise prin intermediul unei suflante la baza turnului de absorbţie a nitritului.

În urma reacţiei dintre oxizii de azot şi carbonatul de amoniu, la temperaturi cuprinse între 0 şi 5°C, se formează nitritul de amoniu la o concentraţie medie de 140 g/l.

În instalaţia în care se obţine hidroxilamina sînt urmăriţi, prin reglare automată, parametrii principali, în special raportul NH_3 : aer, întrucît, începînd de la 15%, acest amestec este exploziv şi nu se admite depăşirea în exploatare de 13%. Această concentraţie se controlează continuu printr-un analizor automat montat în circuit şi prin analize chimice.

Temperaturile sînt sever controlate atît la fazele care trebuie conduse la temperaturi joase, pentru obţinerea unui produs normal, cît şi pentru hidroliza la cald a disulfonatului, a cărui randament de transformare depinde de temperatura şi de timpul de contact.

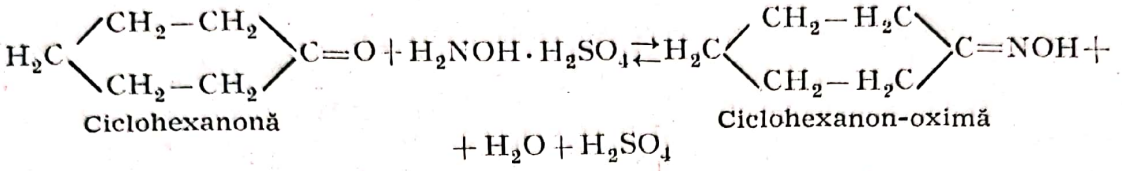
Nitritul de amoniu mai conţine mici cantităţi de nitrat de amoniu, pînă la maximum 30 g/l.

Raportul amoniac : nitrit este o valoare foarte importantă pentru obţinerea unui produs corespunzător cu randament bun. Valoarea acestui raport, de 2 : 1, trebuie păstrată riguros, de aceea se fac corecţii soluţiei de nitrit cu amoniac înainte de trecerea la turnul de disulfonare, tocmai pentru eliminarea produselor secundare care diminuează concentraţia în hidroxilamină, impurifică produsul şi influenţează stabilitatea lui.

În final, sulfatul de hidroxilamină cu o concentraţie de 48—52 g/l este depozitat în rezervoare intermediare, de unde se alimentează faza următoare.

Scanned with OKEN Scanner

Obținerea ciclohexanon-oximei (faza de oximare). Ciclohexanon-oxima se formează în urma reacției chimice între ciclohexanonă și sulfat de hidroxilamină, obținute în fazele descrise mai înainte :



Ciclohexanonă — Ciclohexanon-oximă

$$+ H_2O + H_2SO_4$$

Reacția are loc cu formare de apă și separarea cantitativă a acidului sulfuric legat de hidroxilamină. Această reacție servește și ca metodă de analiză a hidroxilaminei sau a ciclohexanonei. Aciditatea rezultată se neutralizează continuu cu amoniac formîndu-se sulfat de amoniu în soluție care, în urma separării ciclohexanon-oximei finite, este trecut la secția de valorificare a sulfatului de amoniu.

Formarea sulfatului de amoniu, prin neutralizarea acidității libere, are loc după reacția :

$$H_2SO_4 + 2NH_4OH \rightarrow (NH_4)_2SO_4 + 2H_2O$$

Neutralizarea are loc în reactoare separate cu soluții de amoniac de 24%.

Pentru a se elimina posibilitatea de pierderi mari de reactanți printr-o reacție incompletă, procesul este condus în două trepte, lucrîndu-se inițial în exces de ciclohexanonă 50% și apoi în exces de hidroxilamină 50%, pentru consumarea totală a ciclohexanonei din circuit. Reacția are loc la temperatura de 75—80°C. Datorită acidității care se formează, valoarea pH-ului este cuprinsă între 2 și 3.

Schema instalației pentru obținerea ciclohexanon-oximei (și de transpoziție) este reprezentată în fig. 46.

În practică, instalațiile celor două trepte sînt similare. Se alimentează, în mod continuu, soluția preneutralizată de hidroxilamină prin preîncălzitor, în reactorul de oximare sub agitare, și amestecul ciclohexanon-oximă din treapa II-a a procesului. Se lucrează cu un exces de hidroxilamină față de ciclohexanonă de 2 : 1 mol.

Din reactor, amestecul cade continuu în vasul de neutralizare, sub agitare, și apoi în separator, de unde faza de ciclohexanon-oximă pură este trecută în vasul intermediar pentru alimentarea fazei de transpoziție.

De la separator, faza care conține excesul de hidroxilamină și sulfat de amoniu, trece în treapta II-a a procesului și în al doilea reactor, unde are loc epuizarea hidroxilaminei prin reacția cu ciclohexanonă. Din al doilea reactor, soluția deversează în vasul de neutralizare sub agitare și apoi în separator.

Scanned with OKEN Scanner

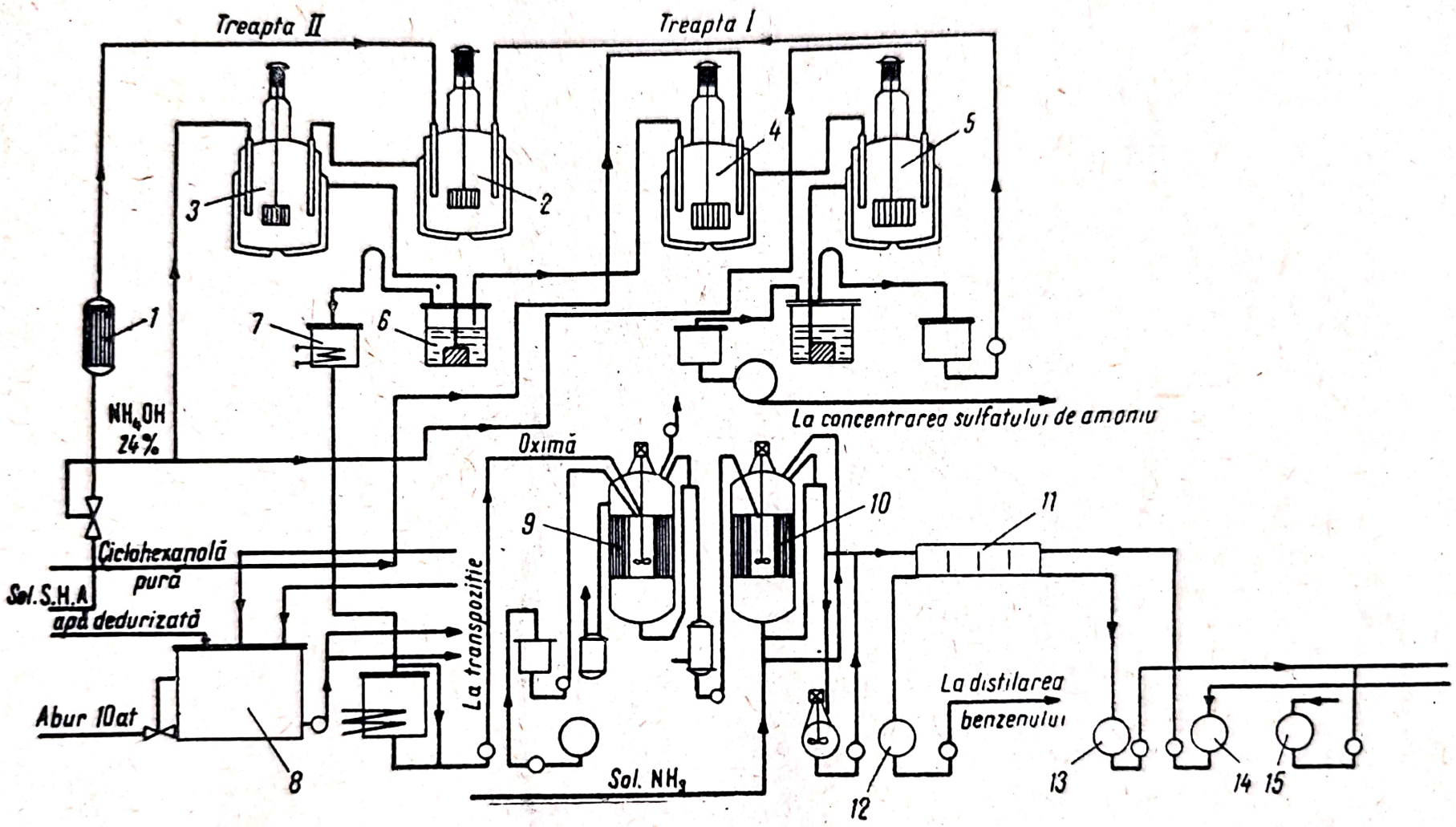


Fig. 46. Schema instalației de oximare și de transpoziție :

1 — preîncălzitor de hidroxilamină ; *2—5* reactoare de oximare ; *6* — separator ; *7* — rezervor de oximă ; *8* — vas de oximă pură ; *9* — reactor de transpoziție ; *10* — reactor de neutralizare ; *11* — extractor ; *12* — rezervor intermediar ; *13* — rezervor de sulfat de amoniu ; *14, 15* — rezervor de benzen.

Scanned with OKEN Scanner

Faza conținînd amestecul ciclohexanonă-ciclohexanon-oximă este alimentată prin intermediul unui rezervor, cu ajutorul unei pompe, în reactorul din treapa I-a.

Faza de sulfat de amoniu este depozitată și apoi trecută la recuperarea sulfatului de amoniu.

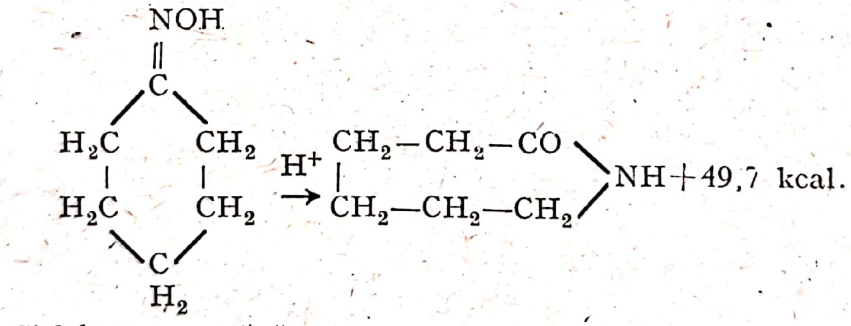
Menținerea ciclohexanon-oximei anhidre în stare topită timp îndelungat nu se recomandă, întrucît are tendința de explozie.

Ciclohexanon-oxima este o substanță albă cristalizată, cu puritate de 93—94%, conținut în apă de 3—5%, conținut în ciclohexanonă 0,02—0,2%, sulfat de amoniu 1—2%, are punctul de topire 78°C și greutatea specifică 0,98 gf/cm^3 ; este solubilă în alcool, eter etc., puțin solubilă în apă, și antrenabilă cu vapori de apă. Hidrolizează cu acid clorhidric transformîndu-se din nou în ciclohexanonă și hidroxilamină, reacție care servește în metoda de analiză a oximei.

Se poate recristaliza din dizolvanți pentru purificare sau se poate utiliza în fază de transpoziție dizolvată în dizolvant de protecție după principiul altor procedee.

Transpoziția ciclohexanon-oximei. Ciclohexanon-oxima se transformă în faza următoare în caprolactamă printr-o reacție de izomerizare sub acțiunea unor catalizatori acizi, în cazul acesta acid sulfuric oleum.

Această reacție este cunoscută în chimia organică sub denumirea de transpoziție tip Beckmann și se poate reprezenta astfel :



Ciclohexanon-oximă — Caprolactacă

După cum se vede, formula brută, respectiv masa moleculară a acestor două produse este aceeași (113), diferind numai printr-o nouă așezare a unor funcțiuni în moleculă, care conferă caprolactamei proprietăți speciale, distincte, față de ciclohexanon-oximă (cei doi compuși sînt izomeri). Caprolactama are tendință de hidroliză în prezența apei cu formare de acid aminocapronic, de aceea reacția se petrece, în general, în absența apei.

Se folosește ca mediu de transpoziție, în cazul ciclohexanon-oximei care conține 3—6% apă, acidul sulfuric oleum cu un con-

Scanned with OKEN Scanner

ţinut de 20% SO_3 liber care preia apa din ciclohexanon-oximă, formînd acid sulfuric după reacţia :

$$SOSO_3 + H_2O \rightarrow H_2SO_4$$

Transpoziţia oximei în caprolactamă se produce cu viteză mare, în funcţie de temperatură. Este o reacţie exotermă, foarte violentă, fiind necesar un sistem eficace de răcire şi agitare, pentru evitarea centrelor de supraîncălzit locale, care pot complica procesul şi acţiona nefavorabil asupra calităţii.

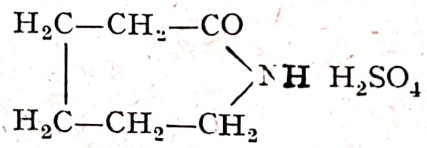
Transpoziţia este cea mai sensibilă fază a progresului tehnologic care influenţează direct calitatea produsului finit şi impune o atenţie deosebită pentru conducerea corectă a fabricaţiei.

Violenţa amestecului de reacţie poate să meargă pînă la explozie, în cazul în care procesul este superficial controlat.

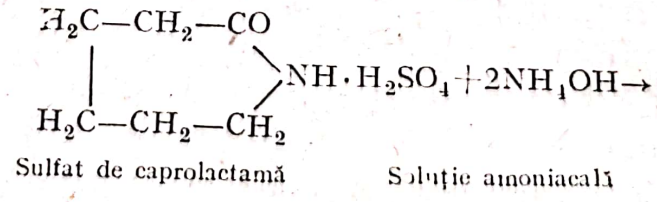
Factorii care influenţează calitatea în această fază sînt : temperatura, excesul de SO_3 liber, sistemul de răcire, impurităţile din materiile prime care intervin în reacţie, respectiv oxima şi acidul sulfuric oleum, timpul de staţionare şi gradul de conversie.

Conform procedeului aplicat la prima instalaţie de la C.F.S.-Săvineşti se lucrează la temperatura de 85—90°C, la un raport de debit oleum oximă 1,1—1,3 şi un timp de staţionare în reactor de 45 min.

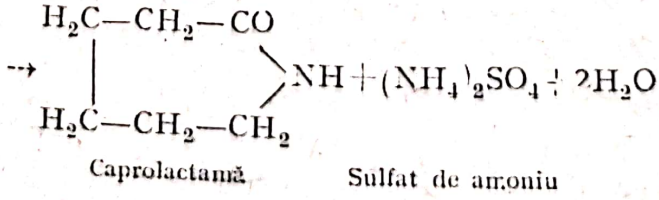
În mediu de acid sulfuric, caprolactama care se formează este obţinută sub formă de sulfat de caprolactamă cu următoarea formulă :



Pentru separarea caprolactamei din amestecul de reacţie se efectuează neutralizarea sulfatului de caprolactamă cu amoniac :



Sulfat de caprolactamă — Soluţie amoniacală



Caprolactamă — Sulfat de amoniu

Instalaţia se compune din următoarele părţi principale :

— rezervor de ciclohexanon-oximă topită ;

— rezervor de acid sulfuric oleum ;

— sisteme de alimentare a celor două componente în reactor ;

— reactorul de transpoziţie prevăzut cu serpentină de răcire cu apă şi agitator ;

— vas intermediar pentru transvazarea sulfatului de caprolactamă de la reactor pentru definitivarea reacţiei ;

— reactor de neutralizare prevăzut cu serpentină de răcire şi agitator ;

— vas de depozitare pentru caprolactamă brută împreună cu sulfatul de amoniu rezultat de la neutralizare, din care se alimentează faza următoare.

Oxima şi acidul sulfuric oleum sînt alimentate simultan în reactorul de transpoziţie la debitele stabilite. Intrarea în reactor se face în două puncte distanţate, sub agitare şi răcire puternică, în proces continuu.

Produsul de reacţie este depozitat prin intermediul unui sifon într-un vas tampon, de unde se alimentează cu sulfat de caprolactamă reactorul de neutralizare. Neutralizarea se efectuează cu soluţie 13—15% NH_4OH, controlîndu-se în mod continuu *p*H-ul final.

Caprolactama brută împreună cu sulfatul de amoniu este trecută în mod continuu în vasul de depozitare. Întrucît această fază este foarte sensibilă atît pentru calitate, cît şi pentru pericolul de explozie, reactorul în care se efectuează transpoziţia este prevăzut cu un sistem de blocaj a alimentării cu oximă şi oleum, care opreşte automat pompele de alimentare în caz de modificare a parametrilor principali (temperatură, raport oximă : oleum). Temperatura reactorului este corectată automat prin debitul de apă de răcire şi este riguros urmărită. De asemenea este automatizat procesul de neutralizare.

Instalaţia este confecţionată din oţel inoxidabil V2A sau V4A. După reactorul de transpoziţie, compoziţia produsului este :

— caprolactamă, 35—40% ;

— acid sulfuric 61—62% ;

— urme de oximă nereacţionată şi alte impurităţi din reacţiile secundare.

Cu cît culoarea produsului de transpoziţie este mai deschisă cu atît puritatea este mai mare, întrucît conţine mai puţine gudroane şi produse secundare.

După neutralizare, caprolactama brută fiind în amestec cu sulfatul de amoniu se separă, în general, în două faze : stratul superior care conţine în medie 40% caprolactamă, 58% apă, 2% sulfat

Scanned with OKEN Scanner

de amoniu, și stratul apos separat, care conține sulfat de amoniu în jur de 400 g/l și pînă la 2% caprolactamă. Faza care conține caprolactamă se mai numește și ulei de caprolactamă.

La pornirea instalației se prepară inițial un amestec alcătuit din oleum cu caprolactamă (numit pat de reacție), care se încălzește și după ce s-a ajuns la regimul termic al reactorului și la omogenizarea produsului, se începe alimentarea reactanților. Prezența caprolactamei în sistem inițiază transpoziția și procesul decurge în continuare normal.

Pe baza experienței de la prima instalație și a documentării pe plan mondial, a fost îmbunătățit procesul de transpoziție la celelalte etape de dezvoltare, în sensul că alimentarea reactanților (oximă și oleum) se face direct într-o pompă specială care asigură amestecarea rapidă și preluarea uniformă a temperaturii, iar reactorul propriu-zis servește pentru perfectarea reacției.

Purificarea caprolactamei. Procesul de purificare a caprolactamei brute are la bază două principii :

— decantarea cu separarea continuă a fazei organice (uleiul de caprolactamă), care se poate distila direct pentru obținerea caprolactamei sau se poate supune unui alt procedeu de purificare (extracție, cristalizare etc.) ;

— prelucrarea amestecului caprolactamă-sulfat de amoniu în întregime pe mai multe trepte.

Cel mai răspîndit procedeu de purificare, care are la bază al doilea principiu, este extracția caprolactamei din amestec cu un dizolvant organic selectiv pentru aceasta. Soluția de caprolactamă în dizolvant se separă ca fază distinctă de soluția de sulfat de amoniu, datorită diferenței de densitate.

Sulfatul de amoniu este trimis în instalația de valorificare a acestuia ca îngrășămînt, unde după concentrarea soluției cristalizează sulfatul de amoniu, iar soluția dizolvant-caprolactamă este în continuare supusă procesului de distilare a dizolvantului și ulterior distilarea caprolactamei.

În general, în caprolactama brută o parte din impurități sînt solubile în apă și rămîn în sulfatul de amoniu, iar altă parte sînt solubile în dizolvant, care după îndepărtarea acestuia rămîn în caprolactamă. Uneori, acești compuși formează amestecuri azeotrope la distilare și nu mai pot fi îndepărtați din produs, rezultînd o calitate inferioară.

Purificarea caprolactamei se realizează în două moduri.

Purificarea prin metode fizice care cuprinde :

— cristalizarea continuă din dizolvanți organici ;

— cristalizarea discontinuă din dizolvanți organici ;

Scanned with OKEN Scanner

— cristalizarea din apă :
— extracţia simplă cu dizolvanţi organici ;
— extracţia dublă cu doi dizolvanţi (dizolvant organic şi apă) ;
— distilarea şi rectificarea.

Purificarea prin metode chimice care cuprinde :

— purificarea prin tratare cu oxidanţi în diferite faze (permanganat de potasiu, apă oxigenată etc. ;
— purificarea prin tratare cu substanţe reducătoare în mediu acid ;
— tratarea cu substanţe reducătoare în mediu alcalin ;
— tratarea soluţiilor apoase cu schimbători de ioni ;
— tratarea (soluţiilor în dizolvant organic) acidă şi alcalină cu spălare succesivă.

Se folosesc şi procedee combinate fizice şi chimice pentru mărirea eficacităţii.

În ţara noastră, pentru purificarea caprolactamei se aplică procedeul care prezintă următoarele faze :

— extracţia caprolactamei brute în proces continuu cu benzen, realizîndu-se o soluţie de caprolactamă-benzen, cu o concentraţie de 20—25%, cu separarea simultană a sulfatului de amoniu ;
— distilarea benzenului în două trepte pentru recuperarea dizolvantului şi obţinerea caprolactamei ca reziduu ;
— distilarea caprolactamei în două coloane de rectificare speciale cu talere rotative, sub vid ;
— cristalizarea caprolactamei în cazul în care se depozitează ;
— depozitarea în stare topită în rezervoare intermediare, de unde se alimentează secţia de polimerizare.

În fig. 47 este reprezentată schema instalaţiei de purificare a caprolactamei.

Amestecul de caprolactamă şi sulfat de amoniu rezultat la neutralizare este alimentat la extracţie, unde se introduce cu pompe speciale, benzenul în raport faţă de amestec de 1,7 : 1,15.

Temperatura de lucru a extractorului este de 30—40°C. Extracţia trebuie să fie condusă în aşa fel, încît să nu se formeze emulsii care se separă greu sau aglomerări de impurităţi în zonele de separare a straturilor. Aceasta este influenţată de *p*H-ul soluţiei, de concentraţia sulfatului de amoniu şi de alţi factori.

Pentru menţinerea constantă a echilibrului de extracţie este necesar să se păstreze concentraţia în sulfat de amoniu în limite stricte, raportul componentelor şi a celorlalţi parametri.

Eficacitatea extracţiei se măsoară prin cantitatea de caprolactamă rămasă în sulfat de amoniu. În cazul unei extracţii cantitative şi a unei bune separări, cantitatea de caprolactamă din sulfat de

Scanned with OKEN Scanner

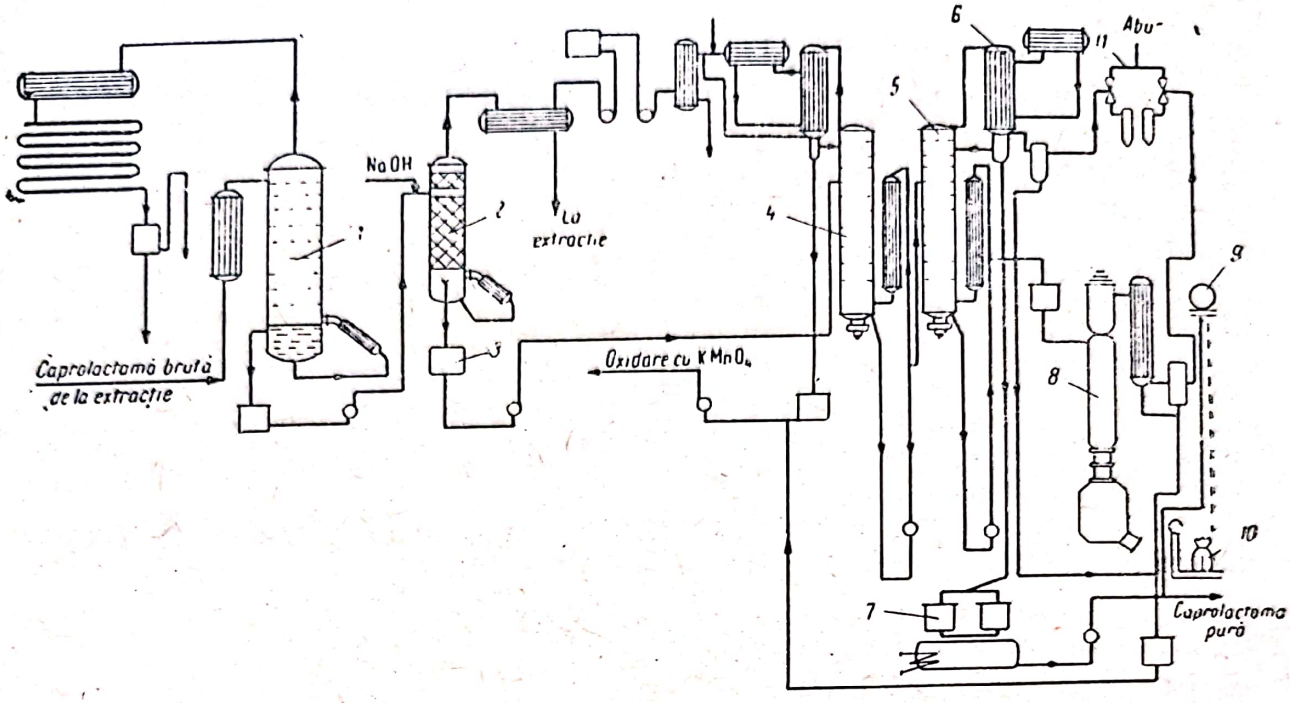


Fig. 47. Schema instalației de purificare a caprolactamei :
1, 2 — coloane de distilare a benzenului ; *3* — rezervor de lactamă brută ; *4, 5* — coloane de distilare a lactamei ; *6* — condensator pentru lactamă ; *7* — rezervor pentru lactamă pură ; *8* — coloană pentru recuperarea lactamei ; *9* — valț de cristalizare a lactamei ; *10* — cîntar pentru saci de lactamă ; *11* — instalație de vid.

amoniu care se pierde este de minimum 0,2—0,4 g/l. Soluția de caprolactamă-benzen rezultată de la extracție conține 20—30% caprolactamă, 70—80% benzen și 0,01—0,02 g/l sulfat de amoniu. În continuare, soluția de caprolactamă-benzen trece, printr-un preîncălzitor, în prima coloană de distilare a dizolvantului, care funcționează la presiunea atmosferică în următoarele condiții :

— temperatura la preîncălzitor 70—75°C ;
— temperatura la vîrful coloanei 78°C ;
— temperatura la mijlocul coloanei 84°C ;
— temperatura la baza coloanei 156—140°C.

Vaporii de benzen sînt condensați continuu și prin intermediul unui separator de apă trec din nou la extracție.

În continuare, produsul de la prima coloană, din care s-a îndepărtat 80% din benzen, trece la distilare, în coloana a doua, unde se adaugă în același timp soluție de NaOH 30% circa 1 l/oră. Coloana lucrează sub un vid de 100—120 mm Hg ; temperatura de alimentare este de 85—90°C, temperatura la baza și la mijlocul coloanei 50—60°C.

Benzenul distilat este trecut prin condensator din nou la extracție.

Cu reziduul de la distilare, care conţine întreaga cantitate de caprolactamă şi cantităţi mici de benzen (maximum 1%), se alimentează coloanele de distilare a caprolactamei.

Coloana este prevăzută cu talere rotative pe care cade produsul ajungînd în final la partea inferioară, de unde este recirculat printr-un evaporator în film.

Vaporii sînt condensaţi şi se întorc parţial ca reflux, iar o parte se evacuează sub formă de frunţi.

Caprolactama-frunţi este în general mai slabă calitativ, deoarece conţine în cea mai mare parte impurităţi uşor volatile care au fost antrenate la distilare.

Frunţile şi cozile de distilare sînt purificate chimic şi redistilate în instalaţie discontinuă.

Coloana funcţionează sub vid de 12 mm Hg, temperatura la vîrful coloanei fiind 140°C şi la bază 150°C.

În a doua coloană de distilare, în mod similar, o parte din produs este adus înapoi în coloană ca reflux iar o parte se recepţionează, în cazul cînd corespunde calitativ, în vasul de depozitare pentru caprolactamă pură.

Coloana funcţionează la un vid mai înaintat, 7 mm Hg, o temperatură la vîrful coloanei de 125°C şi la bază de 140°C.

Produsul de bază (cozile de distilare) reprezintă 5—10% din alimentare, în funcţie de calitate.

Caprolactama pură topită, din vasul de depozit, este utilizată direct la polimerizare sau se cristalizează pentru depozitare în saci. Operaţia de cristalizare se efectuează pe un valţ rotativ, care este răcit continuu cu apă, astfel încît pelicula de caprolactamă topită se solidifică, fiind desprinsă de pe tambur cu ajutorul unui cuţit, formîndu-se cristale albe (solzi).

Aceste cristale sînt introduse în saci de polietilenă protejaţi cu saci de hîrtie.

În funcţie de substanţele străine rămase ca impurităţi în caprolactamă, produsul poate prezenta instabilitate în timp, ceea ce se poate semnala şi prin modificarea coloraţiei.

3. TEHNOLOGIA DE FABRICARE A CAPROLACTAMEI DIN BENZEN

Prin utilizarea benzenului ca materie primă se reduce substanţial costul caprolactamei.

Procesul tehnologic este diferenţiat numai la fabricarea ciclohexanonei, celelalte faze care urmează după ciclohexanonă fiind aceleaşi ca şi în procesul tehnologic pe bază de fenol.

Scanned with OKEN Scanner

Procesul tehnologic de fabricarea ciclohexanonei din benzen cuprinde următoarele faze :

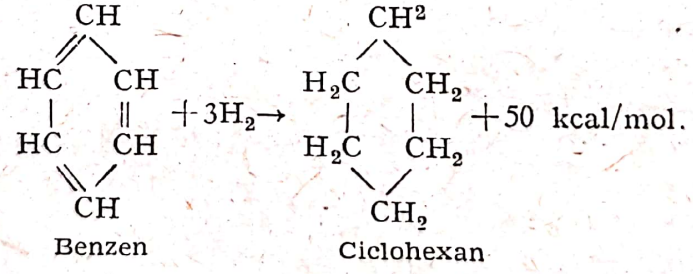
— hidrogenarea benzenului cu prepararea ciclohexanului ;
— purificarea ciclohexanului ;
— oxidarea ciclohexanului ;
— tratarea produselor de oxidare ;
— distilarea excesului de ciclohexan ;
— separarea ciclohexanonei și ciclohexanolului din produsele de oxidare ;
— separarea esterilor ;
— rectificarea ciclohexanonei ;
— rectificarea ciclohexanolului ;
— dehidrogenarea ciclohexanolului.

Benzenul destinat fabricării ciclohexanonei trebuie să îndeplinească condiții deosebite de puritate pentru asigurarea calității caprolactamei.

Se admit următoarele limite pentru impuritățile care deranjează calitativ :

n-Heptan	max. 100 p.p.m.
Toluen + metilhexan	max. 500 p.p.m.
Sulf max.	0,5 p.p.m.

Hidrogenarea benzenului se realizează în fază de vapori la presiunea de 18—20 atm și 150—200°C, pe catalizatori de nichel-crom în rectoare tubulare, după reacția :



Benzen — Ciclohexan

Pentru a se obține ciclohexanonă de calitate corespunzătoare este necesar ca benzenul să fie alimentat cu o viteză optimă (0,6—0,8 l benzen/l catalizator × oră) pentru a se obține un randament optim de transformare în ciclohexan.

Nu se admite depășirea temperaturii peste 250°C, cînd au loc reacții secundare cu formare de metilciclopentan.

Pentru efectuarea reacției de hidrogenare sînt prevăzute două reactoare tubulare (două trepte de hidrogenare).

Primul reactor conține 30% din consumul de catalizator și realizează o conversie de 90% iar în al doilea reactor este încărcat

70% din catalizator și se obține o transformare a benzenului la ciclohexan de 99,9%. Nu se formează produse secundare.

Benzenul este transportat cu pompa, cu un debit de 4 m^3/oră, printr-un schmbător de căldură unde are loc evaporarea benzenului și amestecarea cu hidrogen proaspăt și hidrogen recirculat.

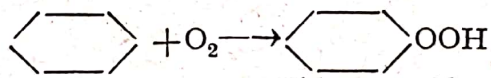
Amestecul este preîncălzit la 120—150°C și este trecut în continuare peste catalizatorul de crom-nichel care este așezat în țevile reactoarelor. Amestecul de reacție la ieșirea din rector poate atinge maximum 230°C și conține ciclohexan și gaze recirculate. În continuare, amestecul de reacție este răcit în schimbătoare, cu apă rece, pînă la 35°C, după care se condensează ciclohexanul, separîndu-se de gazul recirculat carc se introduce la hidrogenare.

Înainte de folosirea unei șarje de catalizator proaspăt, se face activarea acestuia prin reducerea cu hidrogen proaspăt după care se începe alimentarea cu benzen.

Ciclohexanul proaspăt condensat se trece printr-un vas separator, unde are loc evacuarea totală a gazelor și este colectat în rezervoare de produs brut de unde se alimentează la instalația de rectificare pentru a se obține ciclohexan pur.

Pentru obținerea ciclohexanului prin hidrogenarea benzenului există încă un procedeu propriu, care utilizează același catalizator de Ni obișnuit la hidrogenarea fenolului, și care se prevede a fi aplicat.

Procesul de oxidare a ciclohexanului este explicat prin legare de oxigen molecular. Molecula de oxigen (O = O) trece din stare stabilă în stare activă, —O—O—, formă în care se leagă de molecula organică cu formarea unui hidroperoxid de tip R—C—OOH, adică :



Ciclohexan — Hidroperoxid de ciclohexil

Acești hidroperoxizi sînt instabili la temperatura de reacție și se descopun cu formarea de ciclohexanol, ciclohexanonă și o serie de produși secundari.

Prezența catalizatorilor favorizează descompunerea peroxidului intermediar. La oxidare mai avansată se formează, prin ruperea inelului ciclic, acid adipic, glutaric, propionic, acetic etc.

În consecință, la oxidarea ciclohexanului gama de produse secundare este complexă.

Prin ridicarea temperaturii de reacție la 155—165°C se mărește conținutul de acid carboxilic și sub 145°C se formează o proporție mai mare de acizi dicarzoxilici. Acești acizi reacționează cu ciclohexanul obținîndu-se esteri.

Scanned with OKEN Scanner

Impurităţile din ciclohexan şi din aerul utilizat la oxidare influenţează negativ procesul de oxidare.

Randamentul de transformare este numai de 4—6% încît 94—96% din ciclohexan nu este supus transformării.

Ciclohexanul nereacţionat este distilat şi trimis din nou la oxidare. Din ciclohexanul transformat 75% sînt produşi utili, iar 25% produse secundare.

Reacţia de oxidare cu aer a ciclohexanului are loc în prezenţă de catalizator. Iniţial, conform procesului, s-a utilizat stearat de cobalt dizolvat la 60—70°C în ciclohexan.

Ulterior a fost înlocuit cu naftenat de cobalt de producţie indigenă, care datorită unei capacităţi superioare de dizolvare în ciclohexan formează soluţii omogene, ceea ce a condus la îmbunătăţirea procesului de oxidare.

Reactorul de oxidare are patru secţiuni cu un volum total de circa 70 m^3 la un timp de staţionare de 25—30 min. Insuflarea cu aer comprimat pentru oxidare se aplică în fiecare din secţiunile reactorului, la presiunea de 7—9 at.

Barbotarea cu aer are loc de jos în sus prin distribuire cu orificii de 2 mm. Debitul de aer de oxidare este menţinut constant.

Ciclohexanul se separă prin distilare, de produsele de reacţie. Nu se admite un conţinut mai mare de 8% oxigen în gazele de reacţie întrucît se formează amestec exploziv.

În mor curent, ca precauţie nu se depăşeşte concentraţia de 6% oxigen.

Pentru preîntîmpinarea amestecurilor explozive se prevede introducerea automată de azot în secţiunile reactorului.

Faza de oxidare a ciclohexanului este cea mai sensibilă din punct de vedere al conducerii reacţiei şi securităţii instalaţiei, ceea ce impune o exigenţă deosebită şi pregătirea temeinică a operatorilor.

De la punerea în funcţiune se lucrează continuu la introducerea treptată a îmbunătăţirilor realizate prin actualele tehnici şi experienţe proprii pentru creşterea siguranţei în funcţionare la această fază.

Neutralizarea produselor de oxidare se face la 14—16 at cu o soluţie NaOH de 4% la 155°C. Prin această tratare se face neutralizarea acizilor, descompunerea peroxizilor şi saponificarea parţială a esterilor rezultaţi ca produse secundare la reacţia de oxidare.

Scanned with OKEN Scanner

Tratarea cu NaOH are loc în două trepte de amestecare, cu separarea stratului organic de stratul apos și în final într-un ultim separator are loc separarea definitivă a fazelor.

Ciclohexanona și ciclohexanolul se află în stratul organic iar stratul apos alcalin mai conține circa 5% din ciclohexanona formată și ceva ciclohexanol.

Pentru a se preîntîmpina pierderile de ciclohexanonă și ciclohexanol stratul apos se distilă cu separarea fazei organice care conține ciclohexanonă și ciclohexanol și care se adaugă la cantitatea principală de ciclohexanonă separată din faza organică. Ciclohexanul nereacționat este de asemenea distilat și recuperat continuu.

Saponificarea totală a esterilor din produsul de oxidare se realizează în continuare prin tratarea cu NaOH 25%, la 95°C, timp de 25 min. După saponificare se obține din nou dou straturi (organic și apos) care se separă.

Separarea produselor după saponificarea totală are următoarele faze :

— Distilarea alcoolilor și produșilor volatili.

— Distilarea ciclohexanonei brute și obținerea ciclohexanonei rectificate.

— Obținerea ciclohexanolului rectificat.

— Dehidrogenarea ciclohexanolului.

— distilarea ciclohexanonei rezultată din procesul de dehidrogenare.

O parte din rezidiile rezultate în diferitele operații de separare și distilare, care nu mai pot fi recuperate, sînt distruse prin ardere.

Utilajele pentru executarea operațiilor principale descrise mai înainte nu reprezintă construcții deosebite dar sînt adaptate la specificul tehnologiei pentru a asigura valorificarea la maxim a produselor utile, separarea impurităților, calitatea produsului finit și realizarea unui minim de pierderi pe faze.

Calitatea ciclohexanonei finite după acest procedeu corespunde, pentru a fi utilizată în continuare, la fabricarea caprolactamei de bună calitate.

Caracteristicile de calitate urmărite sînt :

Concentrația	99,9%
Ciclohexanol	0,02%
Alcooli, max.	50 p.p.m.
Acizi	0,01%
Esteri	0,01%
Culoarea	10° APHA
Indice de refracție la 25°C	1,447—1,448

Scanned with OKEN Scanner

4. MODERNIZĂRI ÎN FABRICAREA CAPROLACTAMEI

Pe plan mondial, toate cercetările și perfecționările în tehnologia de fabricare a caprolactamei au fost și sînt îndreptate continuu către reducerea costurilor de fabricație, ridicarea calității și diminuarea cantităților de sulfat de amoniu care rezultă ca produs secundar, cu utilizare limitată ca îngrășămînt.

În acest sens prezentăm în continuare unele direcții pe plan mondial și din activitatea și preocupările specialiștilor din producție și cercetare pentru dezvoltarea capacităților de caprolactamă.

a) Sinteza directă a caprolactamei din ciclohexan și oxizi de azot pe baza unui procedeu original (în fază pilot) prevede eliminarea unor faze de fabricație.

Această direcție de modernizare se încadrează în tendințele mondiale actuale de a se pune la punct procedeele fără hidroxilamină, numite chiar „nehidroxilaminice" din motive economice și pentru diminuarea cantităților de sulfat de amoniu secundar.

b) Sinteza catalitică a hidroxilaminei a concentrat, de asemenea, preocupările producătorilor de caprolactamă tot dn motive economice. Procedeul prevede sinteza directă a hidroxilaminei din oxid de azot și H_2 în mediu de acid sulfuric, pe catalizator special conținînd platină.

Un astfel de procedeu a fost studiat și la C.F.S. Săvinești într-o variantă care prevede alimentarea continuă a reactanților.

Datorită consumului de platină și unor dificultăți specifice, procedeul nu va fi dezvoltat la noi, și pe plan mondial este puțin aplicată și fără extindere.

c) Sinteza caprolactamei din toluen și recuperare în circuit a sulfatului de amoniu sub formă de materii prime (sulf și amoniac) — procedeul SNIA — este aplicată în mai multe țări la scară industrială.

Utilizarea catalizatorului pe bază de paladiu pentru această sinteză condiționează, de la caz la caz, dezvoltarea.

d) Sinteza ciclohexanonei din fenol într-o singură fază, prin utilizarea unui catalizator selectiv care conduce reacția preferențial la formarea ciclohexanonei, elimină faza de ciclohexanol aplicată în tehnologia clasică.

Procedeul inclusiv catalizatorul este elaborat de R. D. Germană.

Datorită avantajelor economice și siguranței în conducerea fabricației acest procedeu a fost adaptat la instalația caprolactamă IV la C.F.S. Săvinești și funcționează cu rezultate bune. Pentru fazele care urmează după ciclohexanonă se aplică tehnologia curentă cu îmbunătățirile realizate pe parcurs.

Scanned with OKEN Scanner

e) Procedeul Toyo-Rayon prevede sinteza caprolactamei prin nitrozarea fotochimică a ciclohexanului, utilizînd inițierea cu radiații ultraviolete (UV). După această tehnologie funcționează capacități importante în Japonia.

Extinderea a fost însă limitată datorită coroziunii deosebit de mari și a consumului ridicat de lămpi UV pentru asigurarea cantitativă a sursei de UV.

f) O altă categorie de lucrări a fost dirijată către ridicarea calității caprolactamei și reducerea consumurilor specifice de materii prime și energie.

În acest scop s-au aplicat continuu îmbunătățiri pe baza activității proprii în fazele de transpoziției, oximare tratarea chimică a caprolactamei brute în mai multe trepte, îmbunătățiri la fazele finale de distilare.

g) Au fost, de asemenea, aplicate modernizării la faza de oxidare a ciclohexanului, care asigură un grad de conversie constant și o mai mare siguranță în funcționare (instalația caprolactamă III).

h) La ora actuală atenția este concentrată pe îmbunătățirea sau schimbarea tehnologiei unor faze care să conducă la diminuarea mai substanțială a consumului de sulf, acid sulfuric, amoniac în fabricarea caprolactamei.

În acest sens se experimentează un procedeu de transpoziție în condiții de aciditate mai redusă și posibilitatea recuperării parțiale a acidului sulfuric și amoniacului, electrochimic, în dauna sulfatului de amoniac secundar.

Necesitatea asigurării calității caprolactamei și reducerii consumurilor specifice a costurilor generale de fabricație concentrează continuu eforturile specialiștilor pentru elaborarea de noi soluții practice mai eficiente.

C. POLIMERIZAREA CAPROLACTAMEI
(fabricarea policaprolactamei)

Pentru a se ajunge la poliamida filabilă, monomerul (caprolactama), care îndeplinește condițiile de calitate amintite, este supus unui proces de polimerizare. Această reacție este, de fapt, un tip de policondensare a ε-amino-caprolactamei sau a acidului ε-amino-capronic.

În principiu, caprolactama poate fi polimerizată fără dificultăți prin încălzire la temperaturi de peste 200°C, în prezență de catali-

Scanned with OKEN Scanner

zatori și stabilizatori de catenă, un timp determinat, în funcție de caracteristicile urmărite.

Omogenitatea structurală a polimerului prezintă o mare importanță în fabricația firelor poliamidice, și constituie, pentru specialiști, esențiala preocupare pentru conducerea fabricației.

Procesul de polimerizare a caprolactamei este o consecință directă a existenței ciclului caprolactamei, din care decurg următoarele caracteristici fizico-chimice specifice :

— necesitatea prezenței unei substanțe inițiatoare a procesului (activator sau catalizator) care să favorizeze ruperea ciclului caprolactamic ;

— reacția este un proces de echilibru, raportul dintre polimer și monomer fiind determinat de o serie de factori de care se ține seama în stabilirea parametrilor tehnologici.

În prezent se consideră că polimerizarea caprolactamei în prezența apei (polimerizare hidrolitică) are un caracter dublu : de poliadiție amidică reversibilă, în paralel cu un proces de policondensare.

Parametrii procesului de polimerizare. Principalii parametri ai procesului de polimerizare a caprolactamei care trebuie luați în considerare sînt :

— puritatea materiilor prime ;
— timpul de polimerizare ;
— temperatura de polimerizare ;
— cantitatea și natura inițiatorilor ;
— cantitatea și natura stabilizatorilor de catenă ;
— contitatea și natura adaosurilor și a stabilizatorilor termici (antioxidanților lor) ;
— influența mediului de reacție ;
— condițiile de executare a operației de matisare la care se adaugă și condițiile tehnologice specifice fiecărei instalații.

Timpul de polimerizare influențează, în general, randamentul în polimer, care pînă la o anumită limită este proporțional cu durata polimerizării și cu masa moleculară. Timpul necesar polimerizării caprolactamei este proporțional cu temperatura și cu cantitatea de stabilizator.

Natura inițiatorilor influențează viteza procesului de polimerizare. În instalațiile obișnuite, durata de polimerizare este de 18—20 ore.

Temperatura de polimerizare, care în mod obișnuit este de 250—260°C, trebuie să depășească cu puțin punctul de topire al rășinii, folosește în general temperatura limită pentru fiecare caz în parte.

Scanned with OKEN Scanner

Folosirea temperaturilor prea înalte intensifică scindarea polimerului și scade masa moleculară.

Inițiatorii procesului de polimerizare a caprolactamei sînt substanțele care pot scinda legătura amidică a ciclului caprolactamic. Aceste substanțe pot fi de două categorii :

— apa, alcoolii, acizii anorganici și organici ca : acidul fosforic, acidul benzoic, acidul acetic, acidul adipic, acidul aminocapronic sau sărurile diacizilor cu diamine (sarea AH) ;

— substanțe bazice ca metale alcaline, hidroxizi și carbonați alcalini.

În acest caz, cinetica și mecanismul de reacție sînt deosebite. Cel mai frecvent inițiator folosit în practica industrială este apa, fiind în același timp și cel mai ieftin.

După modul cum acționează, în prezența sau în absența apei, inițiatorii se împart în două categorii :

— acizii acetic și benzoic, care au activitate numai în prezența apei ;

— inițiatori care au acțiune catalitică și în absența apei, dar care se intensifică cu adaos de apă (sarea AH și acidul fosforic). Cu creșterea procentului de inițiatori viteza de reacție crește, atingîndu-se mai repede echilibrul, iar gradul de polimerizare scade.

O influență deosebită asupra acestor rezultate o are procedeul de polimerizare aplicat.

Eliminarea apei din spațiul de reacție în cursul polimerizării duce la polimeri cu masă moleculară mai mare decît dacă apa este menținută în spațiul de reacție, permițînd în același timp evacuarea părților monomere.

În prezența inițiatorilor bazici, polimerizarea caprolactamei are loc cu viteză mare. Sînt folosiți în acest scop : sodiul, potasiul, litiul, hidroxidul de sodiu, hidroxidul de potasiu, combinațiile cu săruri alcaline ale acizilor slabi, ca cianura de potasiu. În acest caz, mecanismul de reacție se bazează pe formarea unui produs sodat al caprolactamei care funcționează ca inițiator, avînd loc o polimerizare anionică prin adiția caprolactamei sodate la caprolactamă.

În fabricarea firelor sintetice nu s-a aplicat încă, pe scară industrială, polimerizarea rapidă în mediu bazic al caprolactamei, întrucît procesul nu este încă suficient de bine pus la punct pentru a conduce la un polimer cu o structură omogenă.

Stabilizatorii de catenă sînt substanțe care reacționează cu grupele terminare ale polimerului, pentru a limita creșterea macromoleculei și pentru a se obține o masă moleculară corespunzătoare, pentru o filabilitate bună, corelată cu obținerea caracteristicilor dorite ale fibrelor și în același timp foarte constante.

Scanned with OKEN Scanner

În cazul policaprolactamei, grupele terminale sînt aminice (NH_2) de o parte a lanțului și carboxilice (COOH) de ceallată parte.

Un polimer bine stabilizat nu prezintă modificări esențiale la încălzirea și la retopirea granulelor la filare, la staționarea topiturii un anumit timp în mașina de filat, și este insensibil la variațiile de regim termic pe fazele de fabricație.

Aceste substanțe îndeplinesc deci un dublu rol : reglează gradul mediu de polimerizare și stabilizează polimerul în procesul de transformare în fibră.

Masa moleculară a polimerului scade cu creșterea cantității de stabilizator față de caprolactama introdusă la polimerizare, deoarece numărul de grupe terminale crește. În practică este de cea mai mare importanță, atît natura și procentul de stabilizator, cît mai ales menținerea foarte constantă a acestuia printr-o dozare minuțios controlată.

Fiecare șarjă de caprolactamă la care s-a adăugat inițiatorul și stabilizatorul este controlată analitic la o toleranță de $\pm 0{,}002\%$, făcîndu-se și corecțiile necesare pentru obținerea unei valori cît mai constante a masei moleculare. Este cea mai importantă operație în faza de polimerizare.

Stabilizatorii de catenă se pot împărți în două categorii :

— substanțe cu acțiune unilaterală, adică blochează una din grupele terminale ale macromoleculei ;

— stabilizatori cu acțiune bilaterală, care reacționează cu ambele grupe terminale ale macromoleculei.

Din prima categorie fac parte : acizi organici mono- și dicarboxilici și acizi anorganici (acid acetic, acid adipic, acid benzoic, acid boric, acid fosforic) și baze organice și anorganice (amoniac, N-butil-amină, dihexil-amină).

Compușii bifuncționali favorizează formarea structurii tridimensionale care duce la mari dificultăți, deoarece se formează îngroșări frecvente în fire și alte greutăți în exploatare.

Stabilizatorii cu acțiune bilaterală prezintă avantaje însemnate față de cei unilaterali, prin blocarea ambelor grupe terminale ale polimerului și obținerea masei moleculare determinată cu un polimer mult mai stabil în operațiile de retopire. Se obține, de asemenea, o mărire apreciabilă a stabilității polimerului la acțiunea temperaturii.

Stabilizatorii bilaterali pot fi, în general : sărurile acizilor organici (cu amine), sărurile acizilor anorganici cu aminele și amidele acizilor respectivi (acetat de N-butil-amină, acetat de benzil-amină).

În industrie, cei mai folosiți stabilizatori sînt : acidul acetic, acidul adipic și sărurile lor cu diferite amine.

Scanned with OKEN Scanner

Practica a demonstrat că alegerea stabilizatorului are o importanță deosebită pentru calitatea polimerului și a firului.

Acidul acetic adăugat în proporție de 0,4—0,6% dă rezultate foarte bune în polimerizarea fără presiune, fiind în același timp ieftin. În cazul polimerizării sub presiune, acidul acetic utilizat, în proporție de 0,1—0,2%, duce la un polimer puțin stabil. Acidul adipic poate fi utilizat în ambele tipuri de polimerizări, însă prezintă tendință de formare a polimerilor tridimensionali care produc dificultăți mari la filare și reduc calitatea produsului.

Polimerul cu mai bună stabilitate s-a dovedit cel obținut cu acetat de N-butil-amină, care duce la rezultate net superioare tuturor celorlalte cazuri.

Toate cercetările în acest domeniu și rezultatele industriale au dus la aceeași concluzie.

Pînă în prezent se cunosc patru procedee de polimerizare a caprolactamei, care se aplică industrial în diferite variante, fiecare instalație avînd specificul ei constructiv, care se reflectă direct în structura polimerului.

Aceste procedee sînt :

— polimerizarea discontinuă sub presiune ;
— polimerizarea discontinuă la presiune atmosferică ;
— polimerizarea în proces continuu sub presiune ;
— polimerizarea în proces continuu la presiune atmosferică.

Oricare ar fi procedeul aplicat, fazele principale ale procesului tehnologic pentru cazul obținerii polimerului destinat firelor continue sînt următoarele :

— pregătirea șarjelor de caprolactamă, filtrarea și adăugarea de stabilizatori ;
— polimerizarea caprolactamei ;
— extruderea polimerului sub formă de cablu sau de bandă ;
— tăierea cablului de polimer în granule ;
— extracția granulelor pentru îndepărtarea monomerului și a oligomerilor ;
— uscarea granulelor.

Polimerul sub formă de granule uscate poate fi alimentat la silozul mașinii de filat și de acolo la buncărele capetelor de filat.

1. POLIMERIZAREA DISCONTINUĂ

Procedeul de polimerizare discontinuu, sub presiune și la presiune atmosferică, este de mult depășit în tehnica actuală și rar folosit în industria fibrelor în momentul de față.

Scanned with OKEN Scanner

2. POLIMERIZAREA CONTINUĂ

Polimerizarea continuă sub presiune. Acest procedeu prezintă avantajul că asigură continuitatea procesului și menținerea apei în sistem pe tot timpul reacției, ceea ce conduce la caracteristici constante.

Acest procedeu este aplicat în Combinatul de fibre sintetice Săvinești și prezentat în fig. 48 (prima instalație).

Caprolactama topită se introduce în amestecătoarele de caprolactamă prevăzute cu agitatoare, cu protecție cu azot și sistem de încălzire, și se adaugă cantitatea exactă de catalizator și de stabilizator de catenă.

Din amestecătoare, caprolactama este trimisă continuu cu pompa de presiune în coloana de polimerizare prevăzută cu sistem de încălzire la 256°C și patru sisteme tubulare în care are loc formarea polimerului, în proces continuu, în interval de circa 18 ore.

Faza de vid sau treapta de vid (coloana de vid) are rolul de a îndepărta monomerul prin trecerea polimerului sub formă de peliculă, la un vid de 10—15 mm Hg. Operația are loc la 256°C, iar monomerul este recuperat prin condensare.

Din coloana de vid, polimerul trece printr-un inel distribuitor în treapta de egalizare (coloana de egalizare), unde are loc omogenizarea polimerului și trecerea la presiune normală.

Din coloana de egalizare, polimerul, cu ajutorul unui dispozitiv elicoidal numit *„cap de amestec"*, se amestecă cu matisantul, pentru introducerea în polimer a pigmentului de bioxid de titan la concentrații de 0,3%.

După matisare, polimerul este extrus sub formă de cabluri printr-o filieră cu mai multe orificii, cablurile de polimer fiind solidificate într-un vas cu apă și trecute la mașina de tăiat unde se obțin granule.

După această operație urmează extracția și uscarea granulelor.

Toată instalația este protejată cu azot care trebuie să îndeplinească condiții severe de puritate, mai ales în ceea ce privește urmele de oxigen, față de care policaprolactama este foarte sensibilă.

Limita de oxigen în azot admisă pentru o bună funcționare a instalației și calitatea producției este de 3 p.p.m., la care se adaugă și un grad avansat de deshidratare.

Aceasta este una din problemele cele mai dificile în exploatare și pentru realizarea acestei calități se impun instalații speciale de repurificare locală a azotului pur.

Scanned with OKEN Scanner

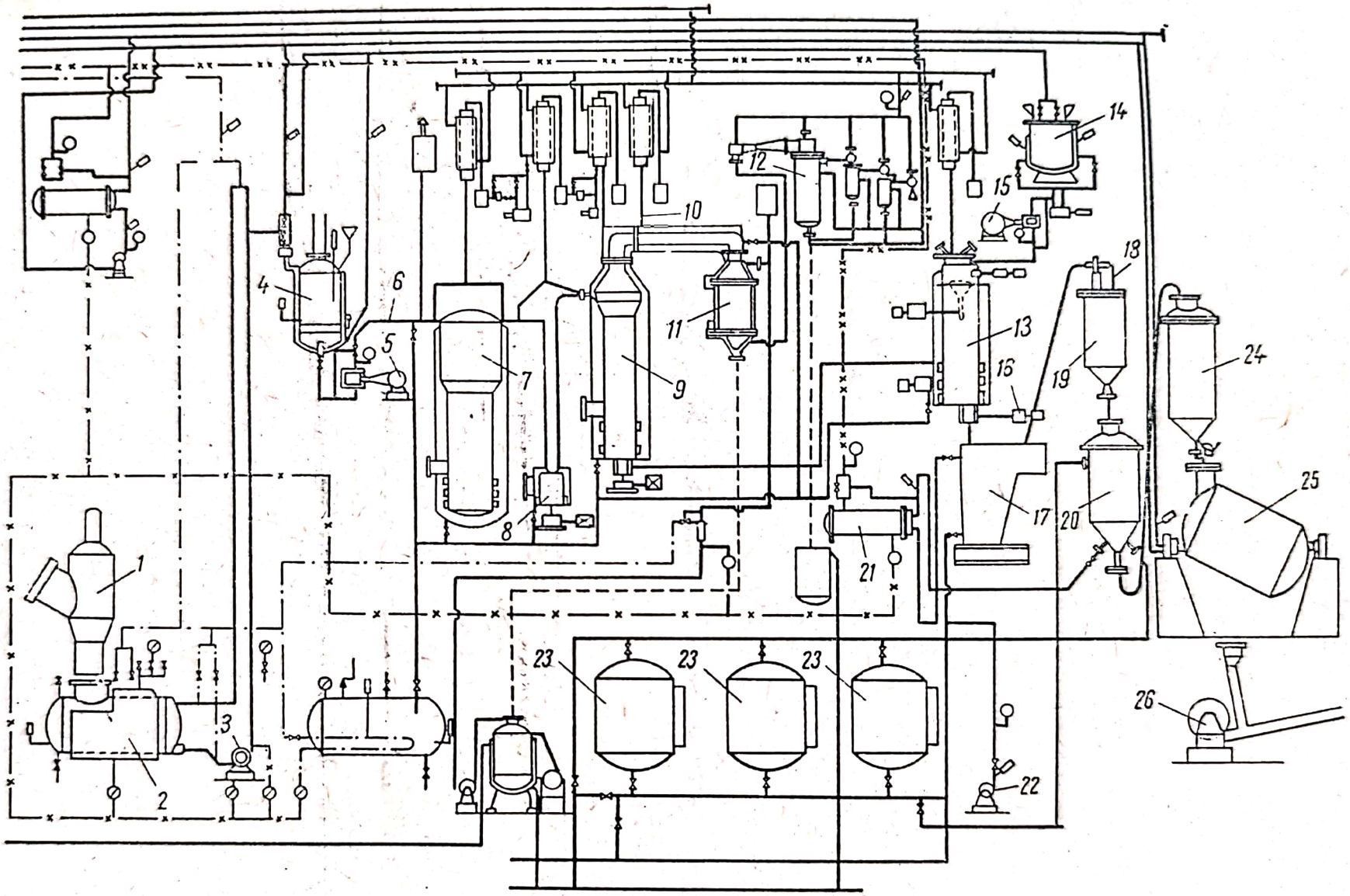


Fig. 48. Schema instalației de polimerizare continuă sub presiune :

1 — pîlnie de alimentare ; *2* — topitor ; *3* — pompă centrifugă ; *4* — vas de omogenizare ; *5, 15* — pompă de presiune ; *6* — conductă ; *7* — reactor de polimerizare ; *8* — pompă de detentă ; *9* — aparat de demonomerizare ; *10* — conductă de vapori de apă și de monomer ; *11* — condensator ; *12* — ejector cu trepte ; *13* — reactor de egalizare ; *14* — vas de reacție ; *16* — cap de extrudere ; *17* — baia de apă ; *18* — dispozitiv de tăiat granule ; *19* — rezervor de colectare a granulelor ; *20* — extractor ; *21* — preîncălzitor ; *22* — pompă ; *23* — rezervoare ; *24* — rezervor de scurgere apă ; *25* — uscător rotativ ; *26* — suflantă.

Scanned with OKEN Scanner

O astfel de instalaţie, datorită treptei de vid, poate să reducă conţinutul în monomer înainte de extracţie, la 4%. Experienţa a demonstrat că acest flux tehnologic este potrivit pentru obţinerea fibrelor scurte, direct din topitură, realizîndu-se viscozităţi optime pentru obţinerea de caracteristici corespunzătoare, pentru fibră. Pentru cazul firelor continue, procedeul este depăşit, din cauza următoarelor deficienţe în calitatea polimerului, pe care le poate imprima şi care nu pot fi preîntîmpinate ;

— fiecare coloană de polimerizare duce la o polidispersie specifică, care, cu cît este mai avansată cu atît dificultăţile calitative ale firelor sînt mai mari ;

— nu permite alimentarea continuă în coloană a suspensiei de bioxid de titan şi trebuie utilizat un polimer cu structură diferită, pentru introducerea de bioxid de titan, ceea ce este o sursă permanentă de dezavantaje pentru calitate.

Funcţionarea instalaţiei este automatizată, menţinerea constantă a temperaturii cu abatere de $\pm 1°C$ se realizează prin utilizarea unui agent de încălzire numit *difil* (un amestec de difenil şi difenil-eter cu punct de fierbere 256°C). Difilul este recuperat în circuit în mod continuu.

Polimerizarea continuă la presiune atmosferică (procedeul VK). Acesta este procedeul cel mai răspîndit în prezent, datorită avantajelor pe care le prezintă.

Cele mai moderne variante ale acestui procedeu scurtează timpul de polimerizare la 8—10 ore. Un avantaj deosebit este în acest caz, faptul că paralel cu caprolactama se poate alimenta în mod continuu suspensia de bioxid de titan, de stabilizatori termici şi de antioxidanţi pentru ridicarea proprietăţilor firelor, operaţie din ce în ce mai răspîndită.

Coloanele de polimerizare pot fi de diferite tipuri ; în general, au o lungime de 4—6 m şi un diametru de 25—35 cm şi permit realizarea de zone diferite de temperatură prin tronsoane cu sisteme individuale de reglare a temperaturii.

Cele mai vechi tipuri de coloane au trei zone de încălzire, temperatura cea mai mare fiind la mijlocul coloanei.

Cele mai noi tipuri de coloane sînt construite cu şase zone de temperatură şi realizează un polimer de calitate superioară celorlalte procedee.

Pentru omogenizarea topiturii, coloanele VK sînt prevăzute cu şicane interioare de diferite sisteme constructive. Capacitatea de producţie a unei astfel de coloane poate fi de 1 000 pînă la 3 500 kg/zi.

Scanned with OKEN Scanner

Acest procedeu de obținere a polimerului este cel mai simplu, fiind eliminate o serie de faze.

Operațiile de obținere a granulelor, de extracție și de uscare sînt similare cu cele de la celelalte procedee.

Procedeul VK este aplicat cu bune rezultate la toate instalațiile de polimerizare pentru fire textile Relon pe platforma Săvinești, începînd din anul 1967.

În fig. 49 este reprezentată schema polimerizării continue a caprolactamei la presiune atmosferică.

Topitura de caprolactamă de la instalația de sinteză sau caprolactama solidă mărunțită cu ajutorul unui concasor este introdusă în vasul de topire încălzit cu abur.

Topitura de lactamă se filtrează și se transportă cu ajutorul unei pompe în vasul de amestecare, unde se introduce sub agitare puternică adaosul de catalizator și stabilizator. După efectuarea analizelor de verificare a conținutului de stabilizator, caprolactama este trimisă în coloana de polimerizare. În paralel este alimentată în coloană și suspensia de bioxid de titan apoasă pregătită pentru matisare. Aceasta se prepară într-o instalație separată compusă din amestecător cu valțuri, moară coloidală și 6—7 vase paralelipipedice pentru decantarea suspensiei. Se îndepărtează astfel circa 40% din cantitatea de bioxid de titan.

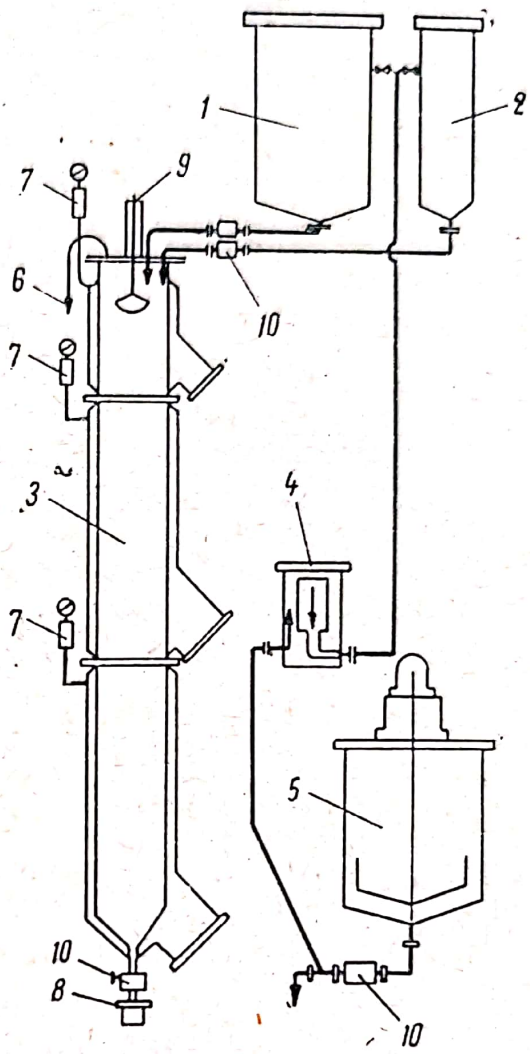


Fig. 49. Schema instalației de polimerizare continuă a caprolactamei, la presiune atmosferică, de tip VK, cu trei secțiuni :

1 — vas de alimentare cu lactamă topită sau în soluție ; *2* — vas de alimentare cu adaosuri de polimerizare ; *3* — coloană de polimerizare ; *4* — filtru de caprolactamă topită ; *5* — vas de topire a caprolactamei ; *6* — conductă de eliminare a apei ; *7* — refrigerente de reflux de difil ; *8* — cap de extrudere ; *9* — plutitor de nivel ; *10* — pompă cu roți dințate.

Coloana de polimerizare are mai multe zone de încălzire și talere perforate pentru omogenizarea produsului.

La partea interioară a coloanei sînt prevăzute sistemele obișnuite de extrudere în cabluri și tăierea în granule.

Scanned with OKEN Scanner

Extracția și uscarea granulelor se realizează independent de procedeul de polimerizare aplicat în instalații similare în toate cazurile. Operația se aplică numai pentru polimerul destinat firelor continue, pentru a îndepărta monomerul și oligomerii solubili în apă din masa polimerului.

Instalația se compune din :

— silozuri intermediare de granule ;

— extractorul propriu-zis, care este încălzit cu abur și la partea superioară are o sită care să permită reținerea granulelor.

Apa se introduce în extractor pe la partea inferioară, creindu-se astfel un sistem de agitare în masa granulelor. Extracția unei șarje de granule (3 000 kg) are loc în trei trepte. Apele de extracție sînt recirculate cu o pompă centrifugă, iar prin intermediul unui schimbător de căldură se menține temperatura necesară extracției. După extracție timp de 22—24 ore, granulele se transportă cu o pompă specială în rezervorul de alimentare a uscătorului.

Apele de la extracție, conținînd cantități importante de monomer, sînt în general recuperate prin diferite procedee pentru reducerea pierderilor de monomer.

Uscătorul de granule este rotativ și funcționează sub vid la o temperatură de 80—85°C, asigurînd deplasarea radială și axială a granulelor în timpul uscării. Curentul de aspirație din uscător trece printr-un ciclon pentru reținerea granulelor antrenate și a prafului. Vidul este realizat cu ajutorul unei pompe cu inel de ulei pentru 0,1 mm Hg și o pompă rotativă cu piston pentru vid înaintat pînă la 0,01 mm Hg. Timpul de uscare este de 48 ore, după care granulele se transportă sub presiune de azot în silozurile secției de filare.

Procesul de uscare prezintă importanță pentru calitatea procesului tehnologic, datorită sensibilității polimerului la acțiuni termice care pot creea neomogenități în funcție de timpul de contact. De aceea se recomandă să se păstreze foarte constanți parametrii de uscare și să se creeze condiții în instalație pentru introducerea parametrilor cei mai indicați. În acest sens se preferă un timp mai lung de uscare la o temperatură mai joasă.

În general, capacitățile de uscare instalate în această fază trebuie să aibă o rezervă pentru a permite menajarea și protecția polimerului. Instalația este automatizată.

De asemenea este important pentru procesul de filare să se obțină un procent constant de umiditate și monomer în granule, întrucît acestea influențează comportarea granulelor la retopire în timpul filării.

Scanned with OKEN Scanner

Variațiile cantitative de monomer și de apă produc modificări ale constantelor de topire și dificultăți la îndepărtarea vaporilor rezultați la filare.

În prezent se aplică procedee de extracție și uscare continue, mai economice (fig. 54).

D. FILAREA

Filarea sau formarea firelor este faza de transformare a polimerului obținut prin unul din procedeele precedente, în fire sau în fibre destinate produselor textile. Transformarea în fire sau în fibre a polimerului este faza cea mai importantă și în același timp cea mai sensibilă a procesului tehnologic.

Pentru filarea poliamidelor se aplică procedeul filării din topitură.

Acest procedeu prezintă următoarele avantaje față de filarea din soluție :

— procedeul este mai simplu întrucît nu apar fazele de obținere a soluției de filare, dezaerare etc. ;

— este eliminată instalația de recuperare și regenerare a dizolvantului, caracteristică filării din soluție ;

— viteza de formare este foarte mare, de minimum 10 ori, față de vitezele obișnuite la filarea din soluție ;

— structura polimerului este compactă, datorită concentrației polimerului de 100% în topitură.

Dezavantajele principale ale acestui procedeu sînt :

— condiții foarte severe pentru puritatea gazului inert de protecție, necesar păstrării calității polimerului ;

— aparatura și condițiile de lucru mai greu de realizat din cauza temperaturilor înalte de filare, în general între 220 și 280°C.

Filarea din topitură cuprinde trei faze principale :

— topirea polimerului în proces continuu ;

— extruderea prin filieră (filarea) ;

— preluarea firului filat pe bobine (operație numită și înfășurare).

Filarea din topitură se aplică pe scară industrială prin două procedee :

— filarea din granule ;

— filarea directă din polimerul topit.

Scanned with OKEN Scanner

1. FILAREA DIN GRANULE

Operația de filare din granule se realizează prin extruderea polimerului în stare topită prin orificiile fine ale unei filiere și preluarea firelor (mănunchiul de filamente) solidificate pe o bobină de înfășurat.

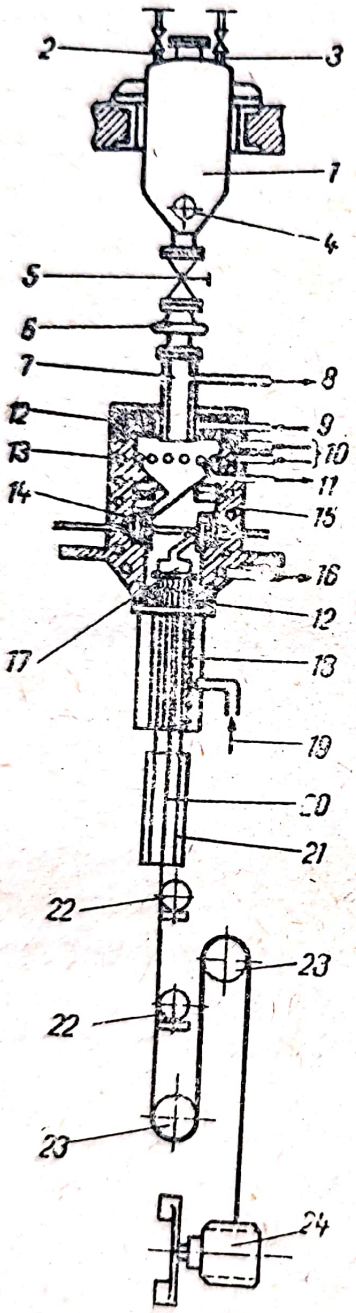


Fig. 50. Schema unui loc de filare cu grilă și încălzire cu difil :

1 — buncăr cu granule ; *2* — conductă de vid; *3* — conductă de azot ; *4* — vizor ; *5* — șiber ; *6* — compensator ; *7* — tub intermediar ; *8* — evacuare azot ; *9* — intrare azot ; *10* — intrare difil ; *11* — evacuare difil din grilă ; *12* — termoizolație ; *13* — grilă de topire ; *14* — blocul pompetelor ; *15* — manta de încălzire ; *16* — evacuare difil din manta ; *17* — montura filierei și filiera ; *18* — tubul de răcire ; *19* — intrare aer pentru răcire ; *20* — fir ; *21* — tub de filat ; *22* — role de uleiere ; *23* — role conducătoare ; *24* — bobină de înfășurat.

Schema de principiu a unui loc de filare din granule este reprezentată în fig. 50.

Descrierea procesului. Mașinile de filat se compun din 12—24 locuri de filare. Acestea sînt alimentate cu granule dintr-un buncăr

Scanned with OKEN Scanner

prin intermediul unui jgheab vibrator cu posibilitate de reglare a oscilațiilor.

Tuburile de legătură cu capurile de filat (ecluze) sînt prevăzute cu vizoare prin care se poate urmări avansarea constantă a granulelor. În buncăr, granulele sînt spălate continuu cu azot de mare puritate pentru îndepărtarea urmelor de aer.

La introducerea în capul de filat, granulele cad pe o grilă de topit încălzită electric la o temperatură reglată în funcție de viscozitatea polimerului ; debitele pompetei sînt condiționate de finețea firului filat. Temperatura grilei de topit este de 240—250°C, pentru condițiile unui polimer normal cu o viscozitate relativă de 2,2—2,4. De la grila de topit, topitura trece în mod continuu în colectorul așezat imediat sub grilă, de unde se alimentează pompeta de filat.

Volumul colectorului este diferit în funcție de construcția capului de filat și de sortimentul pentru care este destinată mașina. În general, capacitatea acestuia este cuprinsă între 800 și 2 000 cm^3 de topitură. În timpul staționării, polimerul în stare topită suferă un proces de depolimerizare, proces în care are loc formarea unui procent de monomer suplimentar față de conținutul inițial al granulelor.

Aceste fenomene pot duce la modificări structurale foarte importante pentru calitate și mai ales pentru uniformitatea firelor. Din acest motiv, nu se depășesc temperaturile de 260°C, corelîndu-se în practică și cu timpul de staționare a topiturii.

Menținerea nivelului topiturii este automatizată și se realizează printr-un știft de nivel cu comandă electrică la grila de topit. Vaporii de monomer formați în timpul filării și vaporii de apă sînt transportați de la capul de filat cu ajutorul unui curent de azot purificat care are rolul de a împiedica pătrunderea aerului, fiind în același timp transportor pentru toți vaporii din topitură ; aceștia, dacă sînt rămași în masă, pot produce dereglări grave ale procesului de filare, rezultînd fire cu finețe variabilă și cu defecte.

Pompeta de filat cu roți dințate, construită cu mare precizie, presează topitura prin filieră cu un debit calculat în funcție de finețea titlului și de viteza de tragere a firului.

Pompetele sînt rezistente la temperatură și presiune. Zona dintre pompetă și filieră are temperatura de 275 și 300°C. Înainte de filieră sînt montate în serie, compuse din mai multe straturi, filtre din site inoxidabile de finețe gradată, pentru reținerea tuturor impurităților, aglomerări, porțiuni de polimer antrenate etc.

Unele întreprinderi folosesc cuarț de anumite granulații ca material filtrant în afara sitelor filtrante.

Scanned with OKEN Scanner

Filiera este o placă inoxidabilă cu orificii de 0,1 mm sau alte dimensiuni ; numărul orificiilor fiind diferit după tipul de fir filat, fiecare orificiu corespunde unui filament.

Filierele, utilizate la Combnatul de fibre sintetice Săvinești pentru fire continue au formă de discuri inoxidabile cu diametrul de 59 mm și de 100 mm și cu o grosime de 5—10 mm.

Orificiile sînt dispuse uniform, pe grupe sau în cerc. După cum s-a mai arătat, filierele pot fi de diferite tipuri.

Odată cu înfundarea filtrelor preliminare filierei, sau din alte cauze, se modifică presiunea topiturii care imprimă neuniformitate finețiii filamentelor ieșite din filieră. Pentru acest motiv se urmărește schimbarea la timp a filtrelor și filierelor. Un ciclu normal corespunde la aproximativ 72 ore de funcționare ; filierele de rezervă sînt păstrate în etuve la temperatura de filare și se schimbă rapid fixîndu-se în șuruburi speciale de blocul filierei.

Filierele se curăță prin cufundare într-o baie topită de săruri (azotat de potasiu și de sodiu și azotit de sodiu, la 400°C) sau prin tratare cu acid azotic de 66%, spălare cu apă după care se usucă cu aer comprimat și se verifică la un microscop special fiecare orificiu.

Filierele normale trebuie să aibă orificiile perfecte, fără asperități, fără deformații sau înfundări parțiale și totale. Filierele se manipulează cu grijă deosebită, păstrîndu-se permanent în celofan și ferite de orice posibilitate de zgîriere a suprafeței metalului. Nu este permisă atingerea suprafeței care cuprinde orificiile ; în toate cazurile, filiera se prinde de partea laterală, așezîndu-se cu orificiile în sus, fără să aibă atingere între ele sau cu alte obiecte.

Se evită lovirea, trîntirea sau scăparea filierelor și orice alte deteriorări din neatenția celor care le manipulează.

Pompetele și filierele sînt partea principală a unui utilaj de filat.

Întreținerea filierelor și a pompetelor și modul lor de folosire are o importanță covîrșitoare pentru calitatea firului filat.

Măsurarea temperaturilor și urmărirea circulației debitului de azot sînt controlate la fiecare cap de filat.

Unele instalații nu folosesc încălzire electrică la capetele de filat, ci încălzire cu agent termic (difil).

Procesul de filare este foarte sensibil la acțiuni termice. Capetele de filat încălzite electric, deși prezintă unele avantaje la prima vedere, totuși nu pot asigura o constanță absolută a temperaturilor în cele trei zone și mai ales între locurile de filare. Aceasta poate duce la modificări în structura firelor producînd defecte în finisarea țesăturilor. Instalațiile de filare care funcționează cu capetele

Scanned with OKEN Scanner

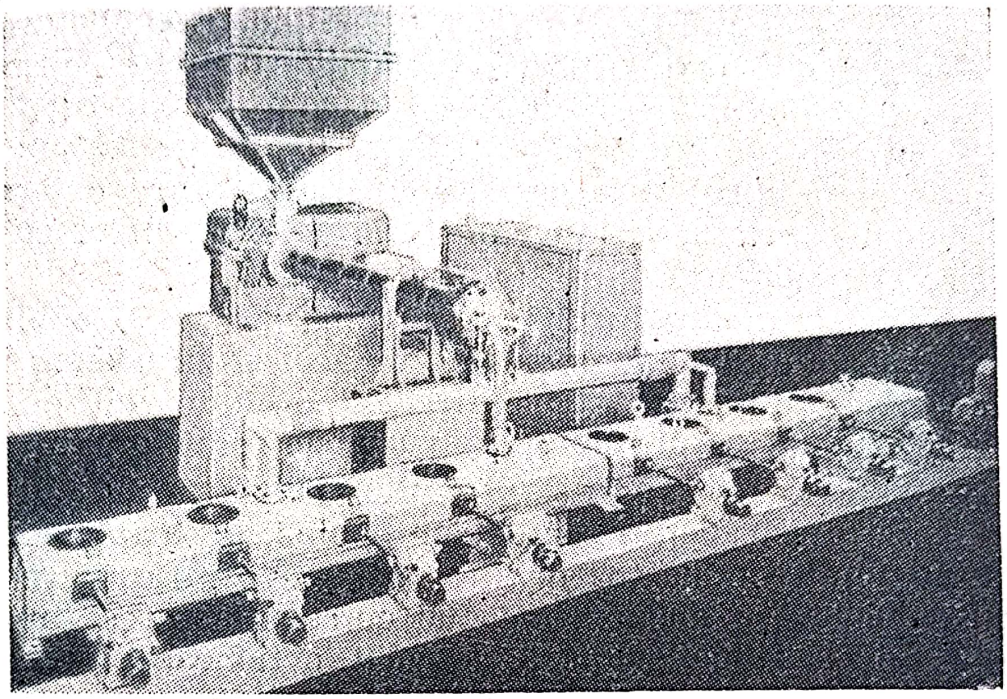


Fig. 51. Dispozitiv de filare cu extruder.

de filat încălzite cu difil sau cu alt agent de încălzire au asigurată constanța structurală a firelor.

Azotul folosit ca protecție și transportor al vaporilor de apă și monomer trebuie să fie de mare puritate.

Instalațiile de filare moderne pentru firele și fibrele obținute din topitură lucrează numai cu extrudere. Extruderul este aparatul cel mai corespunzător cunoscut de tehnica actuală pentru filarea din granule și a fost descris la (cap. III). Instalațiile Relon III și IV și toate instalațiile de la C.F.S. Iași pentru fibre și fire poliesterice sînt echipate cu extrudere orizontale, de cel mai ridicat nivel tehnic. În fig. 51 este prezentat un dispozitiv de filare cu extruder, iar în fig. 1 schema de principiu a unui extruder.

Înfășurarea firelor. Sub instalația de extrudere prin filieră este așezată mașina de înfășurat cu un număr egal de locuri care are rolul de a prelua firele proaspăt solidificate. Mașina este prevăzută cu dispozitive de tratat a firelor filate și sisteme de înfășurat a firelor pe bobine.

Imediat la ieșirea din filieră, șuvițele de polimer în stare plastică intră într-un tub de răcire, în curent de aer, reglat la o viteză optimă între 0,8 și 1,2 m/s. În acest spațiu, firele se solidifică și sînt foarte sensibile, întrucît în funcție de condițiile de răcire prezintă plasticitate variabilă. Este un proces de mare importanță pentru calitate și pentru comportarea firului în fazele următoare.

În continuare, firul este preluat de mașina de înfășurat, trecînd printr-un mediu de umezire, întrucît inițial este rigid și uscat. Pe mașina de înfășurat operația de înfășurare se realizează prin inter-

Scanned with OKEN Scanner

mediul unei role de umezire și a unei role de preparare (uleiuri emulsionate), avînd turația reglabilă și circuitele soluției separate. Firele se îmbibă cu soluție cu o concentrație medie de 1%, care permite atît înfășurarea corectă a firului pe bobine cît și etirarea ulterioară. Firul este preluat de o rolă, care determină viteza de filare, asigurîndu-se tangența tuturor filamentelor cu rolele de umezire și preparare.

În continuare, firul filat se înfășoară pe o bobină specială sau pe mai multe bobine antrenate de același ax (sistem Tandem). Bobinele sînt antrenate prin intermediul unui valț de presiune, care este acționat de un motor prevăzut cu reductor, care permite modificarea vitezei de filare a mașinii, după caz.

Firul este depus regulat pe bobină, pe toată lățimea ei, cu ajutorul unui conducător de fir, care are o mișcare rectilinie alternativă, făcînd în medie circa 150 curse/min ; acest tip de conducător nu este cel mai indicat, întrucît acționează asupra firului prin inerția mișcării la schimbarea cursei, influențînd nefavorabil uniformitatea firului. Există și alte tipuri de conducătoare cu drum elicoidal care au asupra firului o acțiune constantă.

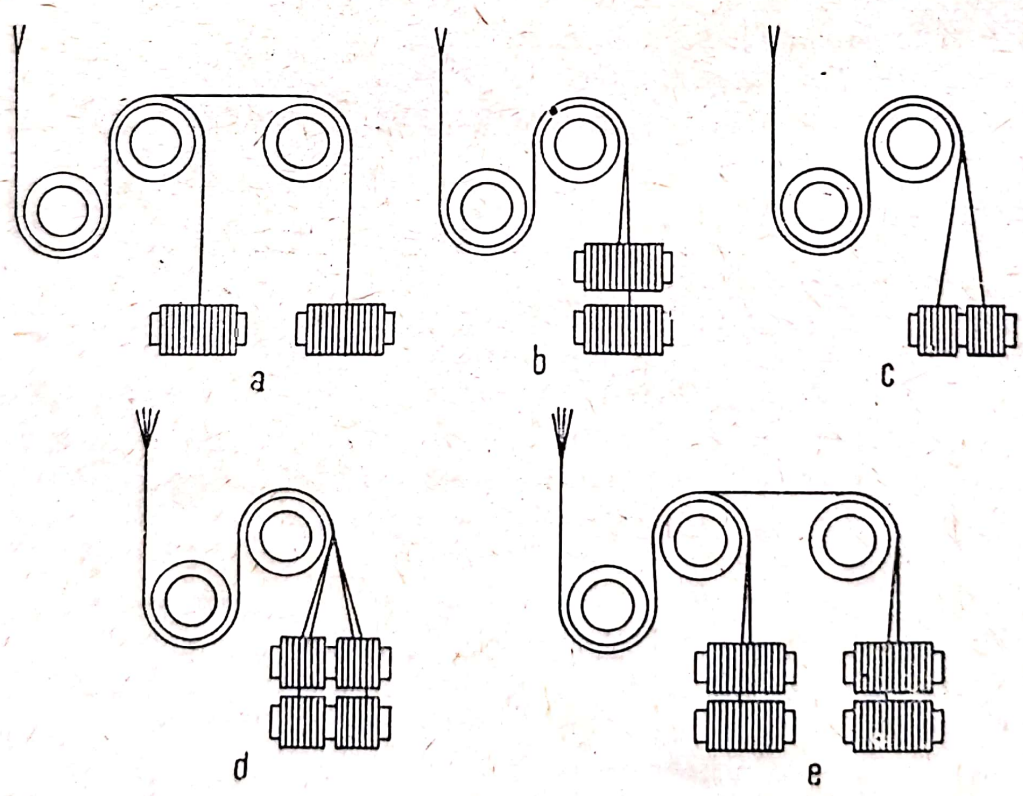


Fig. 52. Diferite tipuri de înfășurări :
a — două fire pe două bobine alăturate ; *b* — două fire pe două bobine suprapuse ; *c* — două fire pe o singură bobină ; *d* — patru fire, cîte două pe o bobină ; *e* — patru fire, cîte unul pe bobină.

Scanned with OKEN Scanner

Cantitatea de fir depusă pe o bobină este de 1,5—3 kg. De calitatea înfășurării firelor pe bobină depinde comportarea lor în faza de etirare. În general, înfășurarea corectă și păstrarea constantă a stratului de fire sînt influențate de viteza de tragere, de procentul de ulei de preparare, de umiditatea firelor și de caracteristicile climei din mediul de lucru.

În drumul pe care-l parcurg firele pînă la depunerea pe bobină primesc o întindere numită *„întindere la filieră"*, care se determină cu relația :

$$I_f = \frac{v_f}{K}$$

în care : I_f este întinderea la filieră ;

v_f — viteza de filare ;

$$K = \frac{p}{s} = \frac{volumul\ topiturii\ pe\ minut}{suprafața\ orificiilor}$$

Viteza de filare se stabilește în funcție de finețea firului. Este total contraindicat să se lucreze cu viteze constante, indiferent de secțiunea filamentului și de grosimea totală a firului. Acest procedeu este totuși folosit, întrucît se filează cîte 2—3 tipuri de fire pe aceeași mașină de înfășurat. De asemenea, schimbările la intervale scurte a sortimentelor duc la schimbarea proporțională a debitelor și, pînă la reglarea normală a topiturii în capul de filat, se produc deșeuri și fire de calitate inferioară.

La descărcarea mașinii de înfășurat, conform tipului de înfășurare stabilit, bobinele pline care au etichete de marcaj (conținînd titlul, șarja, partida, capul de filat) sînt așezate pe cărucioare speciale și transportate în secția de prelucrare textilă.

În fig. 52 sînt reprezentate diferite tipuri de înfășurări a firului pe bobine.

Mașina de înfășurat fire continui poliamidice Relon este reprezentată în fig. 53.

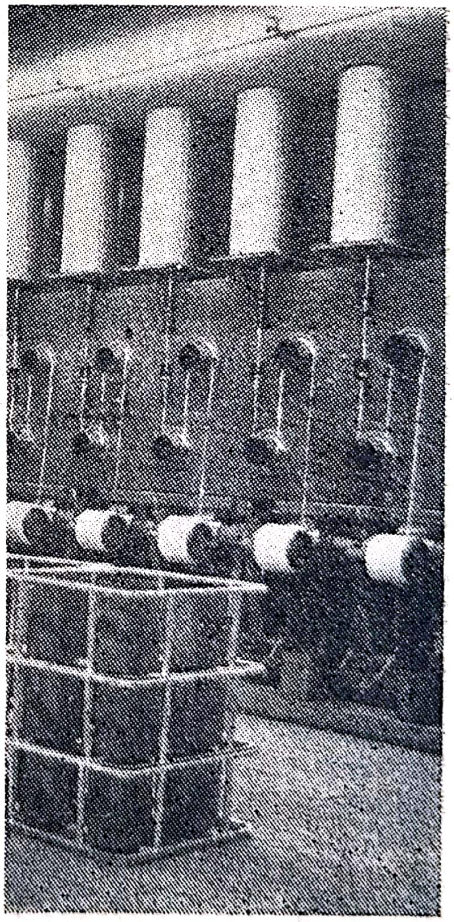


Fig. 53. Mașina de înfășurat fire poliamidice Relon.

Scanned with OKEN Scanner

2. FILAREA DIRECTĂ DIN POLIMER TOPIT

Pentru obținerea fibrelor scurte din policaprolactamă, se utilizează filarea directă a polimerului fără să treacă prin faza de granule. Este un procedeu prescurtat care prezintă avantaje deosebite și care s-a aplicat pentru fabricarea fibrelor scurte, datorită faptului că procesul este mai puțin sensibil.

Acest procedeu s-a aplicat la Combinatul de fibre sintetice Săvinești, pentru obținerea fibrelor poliamidice scurte tip lînă precum și pentru obținerea fibrelor continue de titru mare pentru scopuri tehnice (400—1 200 den).

În prezent, există tendința de a se studia posibilitatea aplicării filării direct și pentru fire normale, pentru economia de energie.

Polimerul topit este trimis la filare cu ajutorul unei pompe cu roți dințate fiind preluat direct din instalația de polimerizare. Topitura de polimer trece prin capul de amestec cu granule matisante pentru a se include 0,3% TiO_2 și apoi este trecut la mașina de filat alimentîndu-se pe grupuri de locuri de filare numite *grinzi*. Fiecare grindă este compusă din șase locuri de filare.

Polimerul trece printr-o conductă centrală încălzită cu difil, de unde se repartizează pe fiecare grindă. Pompetele folosite în acest caz sînt mai mari, întrucît pentru fiecare filieră, titlul filat este de 1 200—3 000 den. Debitul specific al pompetei este de 9—10 cm^3/rot.

Filiera are forma unei plăci dreptunghiulare cu 140—280 orificii cu diametrul de la 0,2 la 0,4 mm.

Grinzile de filare sînt încălzite cu difil la o temperatură de 260—265°C.

La ieșirea din filieră, filamentele sînt răcite într-o cavitate așezată imediat sub filieră, de unde filamentele sînt preluate în mănunchi de mașina de înfășurat, cu o viteză de 400—600 m/min, și înfășurate pe bobine mai mari decît bobinele pentru fire, la o greutate de înfășurare de 4—5 kg. Bobinele sînt transportate pe cărucioare la condiționare și apoi sînt trecute la fazele de prelucrare textilă.

În mod similar, cu mașina de înfășurat pentru fire, filamentele proaspăt filate sînt trecute peste rola de umezire și de preparare reglată pentru o încărcare suficientă (1—1,5% soluție), care să asigure depunerea corectă pe bobine și etirarea.

Soluțiile de preparație sînt recirculate și filtrate în mod continuu. Înfășurarea pentru fibră nu se deosebește de cea pentru fire normale, decît prin anumiți parametri, determinați de grosimea firului care se înfășoară.

Scanned with OKEN Scanner

Acest procedeu a fost studiat la C.F.S. Săvinești în paralel cu o tehnologie mai nouă de filare a cordului din granule. Calitatea cordului obținut prin filarea directă este sub nivelul celui obținut din granule, de aceea este recomandat numai pentru fire tehnice.

Polimerul pentru cord se filează în condiții similare cu firele obținute pentru fibre.

Caracteristicile firelor cord vor fi tratate separat împreună cu celelalte fire tehnice.

E. MODERNIZĂRI ȘI TENDINȚE ÎN FABRICAREA ȘI FILAREA POLICAPROLACTAMEI

1. MODERNIZĂRI DE TENDINȚE ÎN FABRICAREA POLICAPROLACTAMEI

În ultimii ani preocuparea producătorilor de fibre a fost concentrată pentru asigurarea competitivității în următoarele direcții :

— creșterea productivității și diminuarea costurilor de fabricație ;

— asigurarea condițiilor de producere a unor polimeri cu proprietăți îmbunătățite la purtare ;

— creșterea progresivă a producției și a calității, în special omogenitatea acesteia ;

— extinderea gamei sortimentale.

1. Acțiunile pentru creșterea productivității s-au manifestat continuu, de la o etapă la alta, prin creșterea capacității coloanelor de polimerizare și a liniilor de obținere a polimerului în general.

Aceasta diminuează esențial forțele de operare, automatizările, volumul de utilaje, consumurile energetice etc.

Liniile de polimerizare 2000—3000 t/an nu mai sînt actuale, constructorii de utilaje au realizat linii de 5—6000 t/an și chiar 10—12 000 t/an.

Pe de altă parte, creșterea capacității coloanelor de polimerizare este limitată, întrucît extinderea pe înălțime conduce la dificultăți constructive și de montare, iar creșterea pe seama diametrului afectează omogenitatea polimerului. Pentru realizarea acestui deziderat lucrările sînt îndreptate și pentru modificarea mecanismului.

Se vor aplica în continuare coloanele VK pentru polimerizare continuă fără presiune, la capacități pînă la 6000 t/an și modificări de proces cu folosirea acestor coloane în sisteme constructive îmbunătățite.

Scanned with OKEN Scanner

— Operaţiile de extracţie şi uscare a granulelor nu pot fi bine corelate la capacităţi mari în procese discontinui, întrucît ar necesita şarje mari şi dificultăţi în construcţia mecanică şi antrenarea aparatelor

Această necesitate a condus la introducerea treptată a proceselor continui de extracţie şi uscarea granulelor cu creşterea treptată a acestora de la 1000 t/an la 5000 t/an capacitate.

În momentul de faţă se lucrează la îmbunătăţirea sistemului constructiv a coloanelor de extracţie pentru asigurarea uniformităţii operaţiei de extracţie a acestora. Schema de principiu a extracţiei continui este dată în fig. 54.

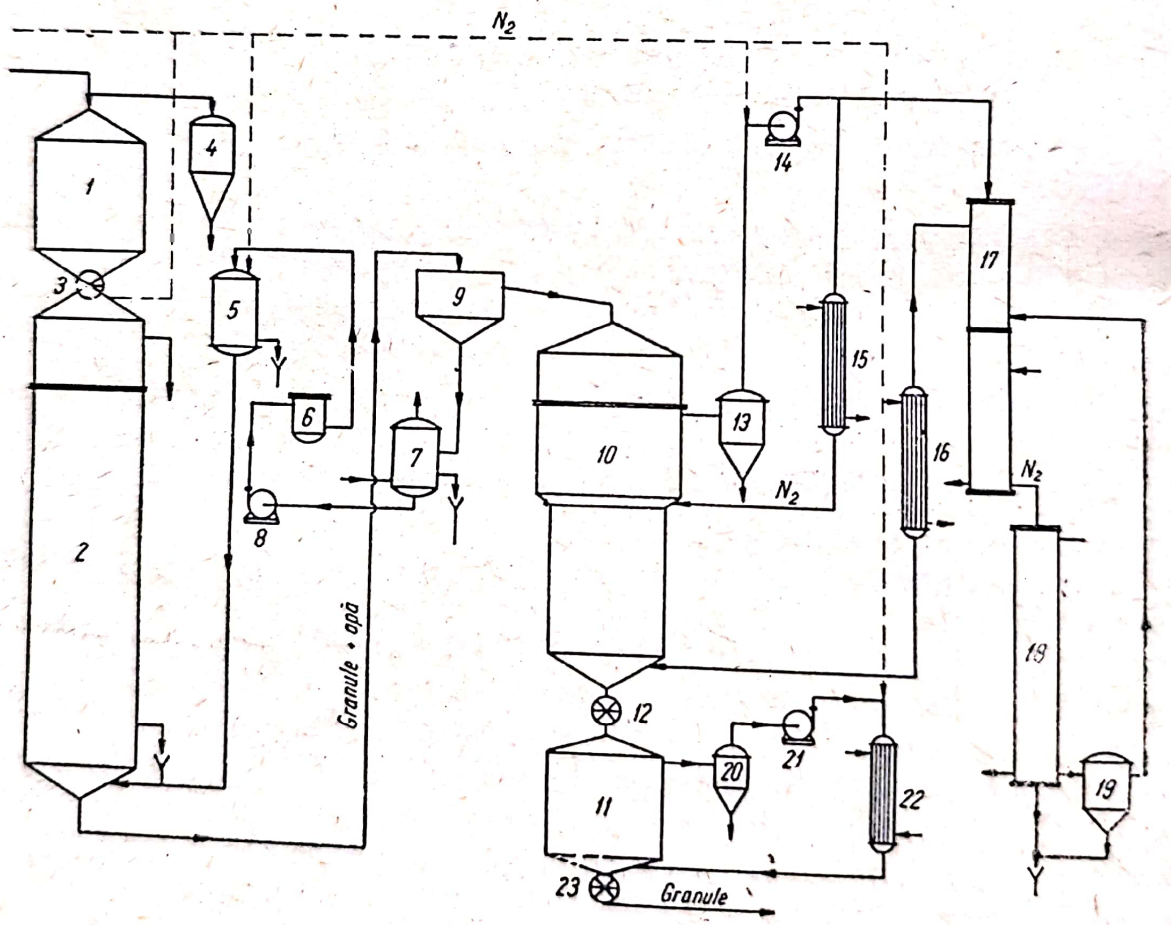


Fig. 54. Schema instalaţiei de extracţie-uscare continuă :
1 — siloz granule neextrase ; *2* — extractor continuu ; *3* — dozator celular ; *4* — ciclon separator praf ; *5* — vas alimentare apă ; *6* — filtru apă extracţie ; *7* — vas colector apă extracţie ; *8* — pompă apă extracţie ; *9* — centrifugă ; *10* — uscător continuu ; *11* — siloz granule uscate ; *12* — dozator celular ; *13* — ciclon ; *14* — suflantă ; *15* şi *16* — schimbătoare de căldură cu abur ; *17* — răcitor recuperator ; *18* — răcitor ; *19* — separator picături ; *20* — ciclon ; *21* — suflantă ; *22* — schimbător de căldură (răcitor) ; *23* — dozator celular.

Scanned with OKEN Scanner

2. În direcţia obţinerii unor polimeri modificaţi ai caprolactamei se fac, de asemenea, eforturi pentru stabilirea unor procese tehnologice convenabile pentru asigurarea unui polimer omogen, cu caracter antistatic, colorabil sau cu alte efecte. Pentru aceasta se acţionează atît asupra sistemului constructiv al utilajelor cît şi asupra compoziţiei chimice corespunzătoare şi se pot obţine un număr mare de sortimente cu anumite proprietăţi pe această cale.

3. Scurtarea fazelor de fabricaţie este o altă direcţie de creşterea productivităţii.

În etapa actuală se revine la încercările din probele precedente, de a utiliza polimerul fără fază de granule. Aceasta poate fi posibil numai printr-un procedeu corespunzător de realizare a demonomerizării topiturii, ceea ce presupune construcţii speciale.

Problema a fost reluată în ultimii ani şi s-au găsit soluţii constructive pentru aparate de degazare-demonomerizare care să permită utilizarea polimerului efectiv direct la filieră (extrudere-degazatoare).

În următoarea etapă se vor regăsi mare parte din aceste orientări practice aplicate în instalaţii de capacităţi mari.

4. Preocupările pentru reducerea costurilor de fabricaţie şi creşterea productivităţii au concentrat cercetările marilor firme pentru a realiza în condiţii mai economice policaprolactama necesară atît dezvoltării firelor şi fibrelor cît şi pentru alte utilizări tehnice.

În această direcţie au lucrat şi specialiştii Centrului de cercetări fibre chimice Săvineşti care au realizat un nou procedeu denumit *„polimerizarea hidrolitică prescurtată a caprolactamei"*.

Acest procedeu reduce de circa 4 ori timpul de polimerizare, creşte productivitatea pe unitatea de volum utilaj şi reduce consumul energetic.

Procedeul se bazează pe creşterea vitezei de polimerizare datorită unui sisteme de iniţiere activ şi printr-un sistem constructiv original al reactorului, care asigură obţinerea unui polimer uniform şi în acelaşi timp permite să se producă, în proces continuu, polimeri modificaţi prin adaosuri speciale la caprolactamă, în vederea obţinerii unei anumite proprietăţi.

Prima aplicare industrială a procedeului se realizează în 1982 într-o instalaţie care va produce pentru prima dată în ţară sortimente de policaprolactamă aditivate cu ingredienţi ca : negru de fum, grafit, sulfură de molibden, plastifianţi etc., care ca urmare a proprietăţilor create se vor aplica pentru înlocuirea metalelor în tehnică.

Scanned with OKEN Scanner

Cea mai importantă utilizare ca polimer tehnic este în organe şi piese de maşini (roţi dinţate, axe, bucşe etc.).

Piesele din policaprolactamă simplă şi aditivată au o durată mai mare de utilizare decît cele din metalele pe care le înlocuiesc, greutate mai mică pentru volum echivalent şi se autolubrifiază în timpul funcţionării, ceea ce simplifică întreţinerea.

2. MODERNIZĂRI ŞI TENDINŢE LA FILAREA POLICAPROLACTAMEI

— Filarea din topitură se va realiza în continuare cu extrudere orizontale de capacitate mai mare, pentru a se alimenta un număr mai mare de posturi de filare. Perfecţionările constructive aduse extruderilor şi grinzilor de filare asigură distribuţia uniformă a topiturii la alimentarea pompetelor de filare.

— Extruderile prevăzute cu zone de degazare vor fi utilizate în etapele următoare la filare directă, fără fază de granule.

— Creşterea capacităţii liniilor de filare se bazează şi pe creşterea numărului de filiere pe post. Constructorii de utilaje s-au orientat în acest sens, fiind cunoscute la ora actuală sisteme de filare cu 16 fire/post şi chiar cu 32 fire/post. Pentru a se asigura condiţiile de servire a maşinii de înfăşurare corect, numărul prea mare de fire pe post nu este indicat (fig. 55).

— Se dezvoltă procedeul de înfăşurare-etirare continuu, adoptat de unii producători pentru fire poliesterice, care va fi extins într-un viitor apropiat şi pentru firele poliamidice.

— Unele procedee prevăd pe maşina de înfăşurare cu etirare continuă şi rotosetarea, încît se poate obţine, pentru anumite scopuri de prelucrare textilă, formatul la livrare direct de la maşina de înfăşurare, realizînd producţia finită cu un număr redus de faze.

— Se prevede dezvoltarea unor sisteme îmbunătăţite pentru aplicarea preparaţiilor de filare pe maşina de înfăşurare.

— De asemenea, se vor extinde utilizarea vitezelor mai mari de filare şi pentru firele poliamidice, precum şi alte acţiuni pentru creşterea productivităţii şi reducerea numărului de faze, legate direct de specificul constructiv al utilajelor de extrudere şi înfăşurare a firelor filate.

Scanned with OKEN Scanner

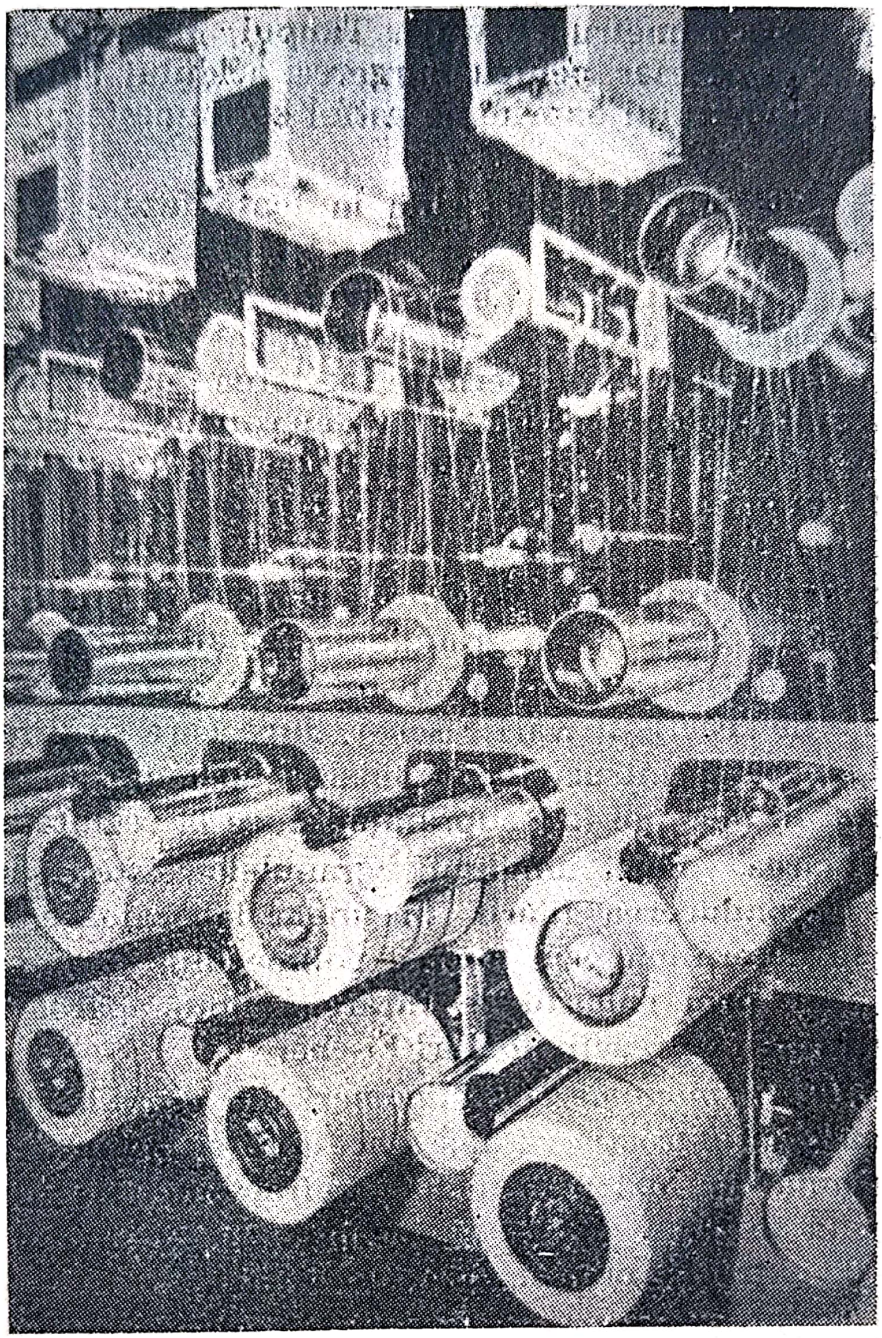


Fig. 55. Mașina de înfășurare cu mai multe fire pe post (8 fire).

F. CONTROLUL FABRICAȚIEI

Analizele de bază în controlul fabricației în faza de polimerizare a caprolactamei sînt următoarele :

Determinarea viscozității polimerului este analiza care măsoară masa moleculară a polimerului. Se realizează prin măsurarea timpului de curgere a unei soluții de 1% polimer în H_2SO_4 de 96%, cu

Scanned with OKEN Scanner

ajutorul unui viscozimetru Ostwald. Timpul, în secunde, se raportează la timpul necesar pentru curgerea acidului sulfuric simplu. Viscozitatea polimerului exprimată astfel se numește *viscozitate relativă*.

Această determinare se execută în toate fazele procesului, pe granule, fire, fibre etc.

Pentru a scurta timpul de dizolvare a polimerului în acidul sulfuric, se face o preîncălzire de 30 min, la 60°C, și apoi se agită într-un utilaj special care permite agitarea simultană a 20—30 probe. Citirea timpilor de curgere la determinarea viscozităților se face cu multă exigență, folosindu-se o baie termostatată de 20°C. Timpul se cronometrează. Este o determinare care necesită multă abilitate și atenție pentru executarea exactă a probei.

Determinarea umidității la caprolactamă și granule se execută prin metoda Karl Fischer. La granule se remarcă faptul că polimerul se dizolvă inițial într-un dizolvant care a fost neutralizat în prealabil față de reactivul Karl Fischer, după care se titrează proba. Aceasta este necesar întrucît determinarea apei din granule, numai prin extracție în metanol (la suprafață), duce la rezultate mai mici.

Determinarea valorii umidității granulelor este foarte importantă pentru conducerea filării. În unele laboratoare, umiditatea granulelor se determină prin topirea polimerului și antrenarea vaporilor cu azot, prin paharul de titrare a unui aparat Dead-Stop, făcîndu-se titrarea cu reactivul Karl Fischer.

Conținutul în monomeri și oligomeri din granule, fire și fibre se determină prin extracția cu apă a acestora și măsurarea cantității de caprolactamă din apă prin metoda refractometrică. După o metodă mai nouă se poate determina cu precizie conținutul de monomer în apă de extracție prin analiză colorimetrică.

Citirea la refractometru se face pe o probă termostatată.

Conținutul de matisant TiO_2 din granule, fire și fibre se determină prin calcinarea probei în creuzete de porțelan sau de platină, în cuptoare electrice, pînă la 1 000°C.

După calcinare se cîntărește cantitatea de bioxid de titan rezultată ; în cazul de față 0,3—0,5% față de polimer.

Soluțiile de preparare pe fir și fibre se determină prin extracție cu dizolvant (eter de petrol), calculîndu-se procentul de soluție prin diferența de greutate a probei sau prin conținutul de ulei extras în dizolvant, raportîndu-se procentul la cantitatea de fir sau de fibră luată în analiză. Se aplică ambele procedee de lucru.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru uscarea probelor de granule sau de fibră se folosește etuva de vid la 60°C, întrucît încălzirea neprotejată a poliamidelor le degradează și se pot obține erori la analiză.

În afară de analizele principale, laboratorul secției execută toate probele legate de conducerea fabricației.

Pentru urmărirea variațiilor, analizele principale sînt reprezentate grafic.

Toate aceste analize sînt necesare, dar nu sînt suficiente ca să poată asigura cunoașterea exactă a comportării unui polimer în fabricație, întrucît mai sînt și alte aspecte care nu se pot semnala prin analizele curente.

Exemplu de caracteristici pentru polimer destinat producției de fire poliamidice

Caracteristici	Polimer granule coloană	Polimer extras și uscat	Fir filat
Viscozitate relativă	2,20—2,25	2,35—2,40	2,45—2,50
Monomer extract, % total	8—10	0,8 —0,9	1,5 —1,8
Umiditate, %	1—2	0,05—0,07	4 —5

Capitolul VII

FIBRE POLIESTERICE

Fibrele poliesterice s-au dezvoltat în ultimii 15 ani și, datorită proprietăților lor remarcabile, se prevede pentru perioadele următoare extinderea acestor fibre la capacități mari pe plan mondial.

Poliesterii, în general, se obțin prin reacții de policondensare dintre acizi polibazici și polialcooli.

Fibrele poliesterice se filează din topitură în condiții similare cu poliamidele.

Primul poliester filabil a fost obținut din acid sebacic și etilenglicoli.

Primele fibre poliesterice industrializate au fost obținute pe bază de polietilentereftalat.

Scanned with OKEN Scanner

Pe piaţa mondială cele mai cunoscute fibre poliesterice din polietilentereftalat sînt : Dacron (S.U.A.), Terital (Italia), Trevira şi Diolen (R.F.G.), Tergal (Franţa), Terlenka (Japonia), Lavsan (U.R.S.S.), Elana (R.P.P.) etc.

Din poliesteri se produc fibre de toate tipurile (lînă, bumbac, in) fire continue, fire tehnice şi fire cord.

În ţara noastră firele şi fibrele poliesterice poartă denumirea de Terom şi s-au realizat la Uzina de Fibre Sintetice Iaşi. În ultimii ani ritmul de creştere a capacităţilor a fost mai accentuat, datorită în special extinderii firelor poliesterice texturate pentru tricotaje.

A. MATERII PRIME

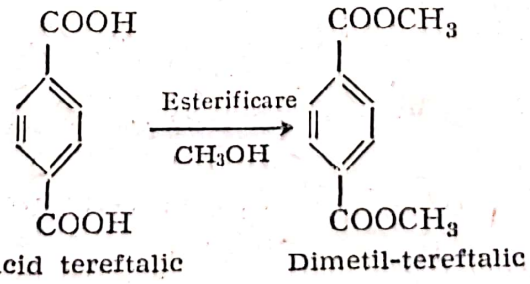
Polietilentereftalatul se poate obţine prin mai multe metode, cea mai convenabilă pentru aplicare industrială fiind reacţia între esterii diacizilor şi glicoli, reacţie cunoscută sub numele de *trans-esterificare*.

Materiile prime pentru obţinerea polietilen-tereftalatului sînt dimetil-tereftalatul şi etilenglicolul.

La ora actuală se cunosc procedee industriale noi care folosesc ca materie primă pentru polietilentereftalat acidul tereftalic, din motive de economicitate, prin simplificarea procesului tehnologic. Deocamdată, în această tehnologie nu există suficientă experienţă, încît marea majoritate a instalaţiilor de fibre poliesterice din lume utilizează ca materii prime dimetiltereftalatul (D.M.T.) şi etilenglicolul (E.G.).

1. DIMETIL-TEREFTALATUL

Toate metodele de sinteză a dimetil-tereftalatului cunoscute pornesc de la benzen, toluen sau xilen, din care se obţine iniţial acid tereftalic şi care prin esterificare ulterioară trece în dimetil-tereftalat :

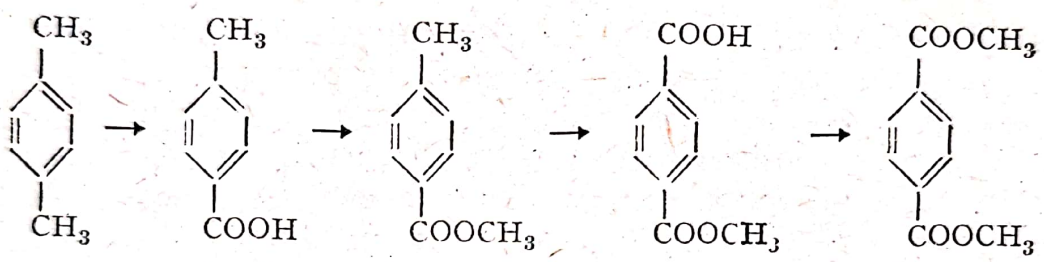


Acid tereftalic — Dimetil-tereftalic

Scanned with OKEN Scanner

Deși există multe variante pentru obținerea acidului tereftalic, producerea lui în prezent se bazează aproape în întregime pe oxidarea parțială a *p*-xilenului. Pentru aceasta este nevoie de un *p*-xilen foarte pur. Fiind extras din produse petroliere, *p*-xilenul este însoțit de izomeri și de alte impurități, ceea ce face necesară o purificare prealabilă exigentă. Cel mai răspîndit procedeu pentru fabricarea dimetil-tereftalatului este oxidarea cu aer, în patru trepte, a *p*-xilenului la acid *p*-toluic, care prin esterificare trece în metil-tereftalat și în final în dimetil-tereftalat. Prin acest procedeu se pot oxida și amestecuri de xilen sau de izomeri, după scopul care se urmărește.

Etapele acestui proces de oxidare pot fi reprezentate în felul următor :



p-Xilen — Acid toluic — Esterul metilic al acidului toluic — Esterul monometlic al acidului tereftalic (metil-tereftalat) — Esterul dimetilic al acidului tereftalic (dimetil-tereftalat)

Prima treaptă de oxidare se realizează prin barbotarea aerului în xileni, în prezența de 1% naftenat de cobalt drept catalizator, la 100—250°C, cu randament de minimum 80%. Esterificarea are loc tot în prezența sării de cobalt solubile, cu aer sau cu oxigen, la temperaturi de 80—250°C.

2. ETILEN-GLICOLUL

Sinteza etilen-glicolului se poate efectua industrial prin mai multe procedee. În prezent, etilen-glicolul este larg folosit în industria fibrelor chimice, la : sinteza carbonatului de etilenă, a poli-etilen-tereftalatului sau sub formă de poliglicol ca modificator în fabricarea viscozei și ca substanțe antistatice în finisarea textilă.

În țara noastră etilen-glicolul se produce la combinatul petrochimic de la Brazi.

Procedeul cel mai răspîndit pentru sinteza etilen-glicolului este oxidarea etilenei cu formare de oxid de etilenă care, în continuare, printr-un proces de hidratare, se transformă în etilen-glicol :

$$CH_2=CH_2 + 1/2O_2 \rightarrow H^2C-CH_2 \quad (O)$$

Etilenă — Oxid de etilenă

$$H_2C-CH_2 + H_2O \rightarrow HO-CH^2-CH_2-OH \quad (O)$$

Oxid de etilenă — Etilen-glicol

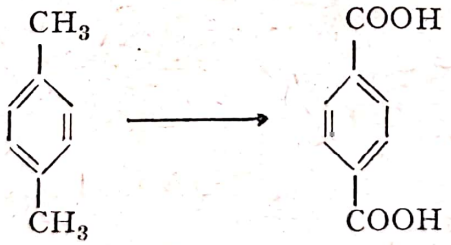
3. ACIDUL TEREFTALIC

În prezent, acidul tereftalic este interesant pentru producerea fibrelor poliesterice, datorită faptului că permite policondensarea cu etilenglicol fără faza de transesterificare, diminuînd costurile pentru obținerea polimerului filabil. Datorită faptului că nu este solubil în etilenglicol prepararea amestecului este mai dificilă.

În prezent se experimentează pe plan mondial aplicarea procesului continuu și pentru cazul acidului tereftalic.

Toate metodele cunoscute pentru obținerea dimetiltereftalatului trec prin faza de acid tereftalic și, ulterior, prin esterificare în dimetiltereftalat.

Sînt cunoscute mai multe metode de sinteză a acidului tereftalic. Cea mai utilizată metodă se bazează pe oxidarea *p*-xilenului, în prezența oxigenului sau acidului azotic :



Oxidarea cu aer conduce la un randament mult scăzut. În prezență de catalizator, naftenat de cobalt, randamentul este de 42—44%. Oxidarea cu acid azotic are loc într-o singură fază, la 150—200°C, presiune 14—25 at și concentrație 30—40% acid azotic și 2—4% *p*-xilen, condiții în care se poate atinge conversia xilenului 100% în acid tereftalic și acid *p*-toluic.

Industrial este aplicată, cu randamente bune, oxidarea în două trepte. Se mai cunosc procedee de oxidare a *p*-xilenului cu sulf elementar și cu sulfat de amoniu.

Scanned with OKEN Scanner

Acidul tereftalic se poate obține în două faze de oxidare : prin transformarea *p*-xilenului în acid *p*-toluic și oxidarea ulterioară a acestuia cu oxidant sau cu aer.

În continuare sînt date caracteristicile fizico-chimice ale celor două materii prime folosite în procesul tehnologic de la Uzina de Fibre sintetice Iași.

Dimetil-tereftalat (D.M.T.)
(Producător Combinatul petrochimic Brazi)

Aspect	solzi albi incolori în stare topită fără suspensii
Culoarea topiturii la 150°C în grade Hazen	max. 20
Miros	Fără miros străin
Punct de congelare	140,63±0,02°C
Indice de aciditate	0,07 (în mg KOH/1 g substanță)
Conținut de fier	0,0002%
Cenușă	0,08%
Conținut de substanțe volatile	0,01%, partea ce depășește 0,05% trebuie să constea din benzen, toluen și xilen
Culoarea după transesterificare, grade Hazen	max. 20
Conținut de D.M.T.	99,9%

Etilenglicol (E.G.)
(Producător Combinatul petrochimic Brazi)

Aspect	clar, incolor, culoare Hazen 10, fără miros străin
Apă	0,1%
Diglicol	0,1%
Valoarea *p*H prin diluare cu apă de *p*H7 în proporție de 1 : 9	6,5—7,5
Conținut de fier	0,001%
Culoare după transesterificare cu D.T.M. grade Hazen	20
Aldehide	0,001%
Probă de clorură și sulfat	negativă
Cenușă	0,005%
Aciditate calculat în H_2SO_4	0,001%
Culoare după încălzire cu NaOH grade Hazen	10
Interval de fierbere la 760 mm Hg	0—99% (196°C—199°C)
Conținut de etilenglicol	99,8%
Substanțe reducătoare și oxidante	lipsă
Transesterificare cu DMT	98% din teoretic
Punct de congelare	—13°C

Scanned with OKEN Scanner

Condiții tehnice pentru catalizatorii de transesterificare

Acetat de calciu

Conținut de acetat de calciu	98%
Conținut de clor	0,05%
Sulfat	0,1%
Metale grele	0,0025%
Trioxid de arsen	0,0005%

Acetat de zinc

Conținut de acetat de zinc	99,5%
Insolubile în acid acetic diluat	0,01%
Cloruri	0,0005%
Sulfați	0,005%
Azotați	0,0008%
Pb, Cu, Fe, Mn (total)	0,008%
As_2O_3	0,0001%

Condiții tehnice pentru catalizatorul de policondensare

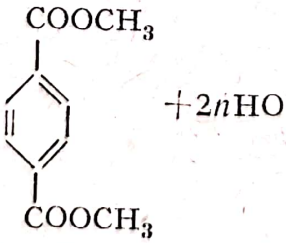
Trioxid de antimoniu

Conținut de Sb_2O_3	98,5%
Conținut de Sb_2O_5	1,5%
Conținut de cloruri	0,05%
Conținut de metale grele	0,1%
Conținut de fier	0,005%
Conținut de arsen	0,06%

Întrucît procesele de transesterificare și policondensare sînt foarte sensibile se urmărește cu deosebită exigență calitatea materiilor prime și catalizatorilor prin analize la recepție în conformitate cu condițiile tehnice.

B. TEHNOLOGIA DE FABRICARE A POLIETILEN-TEREFTALATULUI

Reacțiile de bază care stau la baza procesului sînt :



$$+ 2n\,HO-CH_2=CH_2-OH \rightarrow$$

Etilen-glicol

Dimetil-tereftalat

Polietilen-tereftalat

$$+ 2n\,CH_3-OH + (n-1)\,HOCH_2-CH_2OH$$

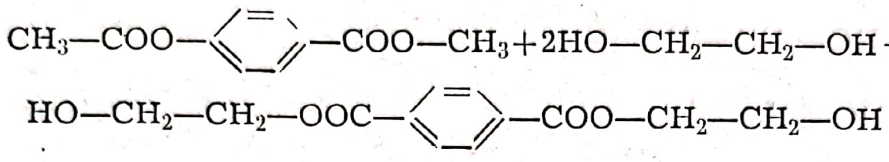
Alcool metilic — Etilen-glicol

Procesul de sinteză a polietilen-tereftalatului are loc în două faze :

— transesterificare (reesterificarea) ;

— policondensare.

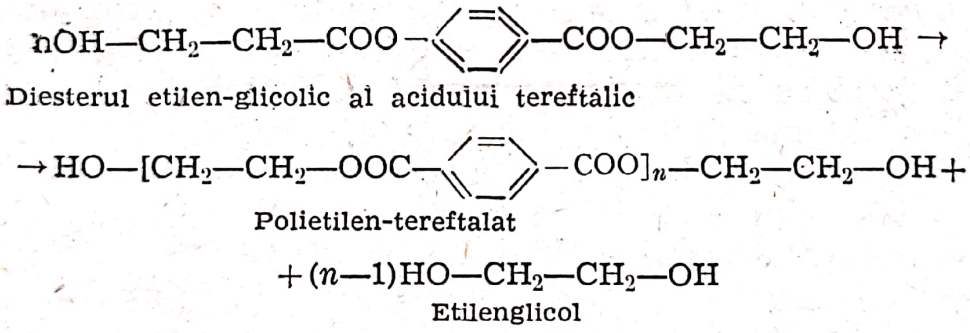
Reacţia cunoscută sub numele de transesterificare este reacţia de formare a diesterului etilen-glicolic al acidului tereftalic, prin înlocuirea grupelor metilenice din dimetil-tereftalat, cu grupe etilenglicolice, după reacţia :



Reacţia de transesterificare se petrece în prezenţă de catalizator, de exemplu acetat sau formiat de zinc, cadmiu, magneziu, cobalt, plumb, la 190—200°C, în mediu inert. În această reacţie se formează alcool metilic, care este îndepărtat continuu din mediul de reacţie. Încetarea degajării alcoolului metilic indică sfîrşitul reacţiei de transesterificare.

Policondensarea este o reacţie catalizată de oxizi de plumb şi de stibiu, la temperatura de 230—280°C, sub vid înaintat de 1 mm Hg.

Policondensarea se desfăşoară după reacţia :



Procesul tehnologic de fabricare a polietilentereftalatului poate fi discontinuu (cel mai răspîndit) şi continuu. În ţara noastră se aplică ambele procedee.

Sinteza polimerului (polietilentereftalat) se obţine după principiul general.

Fazele fluxului tehnologic sînt :

— purificarea etilenglicolului ;

—pregătirea amestecului de reacţie ;

— transesterificarea ;

— policondensarea ;

Scanned with OKEN Scanner

— extruderea polimerului sub formă de bandă ;
— tăierea polimerului sub formă de granule.

Reacţia de transesterificare se execută în autoclave, în şarje discontinui.

Glicolul pur este pompat continuu printr-un preîncălzitor de unde după preîncălzire la 130°C, cu ajutorul aburului de 6 at, se transportă într-un vas colector, unde este menţinut la temperatura de 130°C, cu ajutorul unei serpentine cu abur şi sub protecţie de azot. Din acest vas colector glicolul este dozat în autoclava de transesterificare prin intermediul unui contor.

Cel de-al doilea component D.M.T. este alimentat într-o instalaţie de topire preliminară de unde se transportă cu ajutorul pompelor într-un vas colector pentru D.M.T. topit.

În colector, produsul este menţinut la temperatura de 150°C, sub protecţie de azot. Din acest vas, prin contor, se dozează la transesterificare cantitatea de D.M.T. conform reţetei.

În amestecul de reacţie se introduce şi catalizatorul de transesterificare (acetat de calciu şi acetat de zinc) dispersat în etilenglicol.

După introducerea catalizatorului de transesterificare se încălzeşte amestecul de reacţie la 215°C, cu ajutorul vaporilor de agent termic (difil), prin manta, temperatura fiind reglată automat. Amestecul se agită cu 30 rot/min.

La această temperatură şi în prezenţa catalizatorului se petrece reacţia de transesterificare dintre dimetiltereftalat şi etilenglicol, cu formare de diglicoltereftalat şi metanol (alcool metilic).

Vaporii de metanol sînt distilaţi continuu într-o coloană cu umplutură şi apoi condensaţi în proces continuu, pînă la evacuarea totală a metanolului rezultat din reacţie.

Temperatura coloanei de distilare este de 64°C.

Sfîrşitul reacţiei de transesterificare se constată prin scăderea temperaturii la vîrful coloanei de distilare şi prin cantitatea de metanol distilat.

Distilarea metanolului durează circa 3—4 ore.

După îndepărtarea totală a metanolului, se ridică temperatura pînă la 235°C şi se începe distilarea glicolului în exces (fără reflux), folosind acelaşi condensator pentru răcirea glicolului distilat. Distilarea glicolului durează circa $1^1/_2$ ore, timp în care este îndepărtat excesul de glicol, precum şi glicolul rezultat în urma reacţiilor de policondensare care au loc în timpul reacţiei de transesterificare.

În timpul distilării glicolului temperatura la vîrful coloanei este de 195°C.

Scanned with OKEN Scanner

După terminarea distilării glicolului se adaugă, pentru polimerul normal : matisantul (TiO_2 suspendat în glicol), stabilizatorul (acid fosforos) și catalizatorul de policondensare (trioxid de stibiu).

Transesterificarea fiind terminată, conținutul autoclavei este golit prin presiune în altă autoclavă numită *policondensator*.

Evacuarea diglicoltereftalatului din transesterificator, pentru faza următoare, în policondensator are loc prin egalizarea presiunii prin conducta de legătură dintre cele două autoclave.

După transvazare se pornește agitatorul aparatului de policondensare și masa de reacție se încălzește la 260°C, prin intermediul vaporilor de difil. După atingerea temperaturii de regim se creează vid în autoclavă, cu ajutorul unei baterii de ejectoare, pînă se obține o presiune remanentă de 1 torr, timp de 60 min.

Concomitent cu aplicarea vidului se reglează răcirea în condensatorul de glicol, care va prelua glicolul rezultat din reacție în urma procesului de policondensare.

După ce s-a atins presiunea de 1 torr se continuă reducerea presiunii pînă la 0,3—0,4 torr și aducerea temperaturii de reacție la 280°C. În aceste condiții se desfășoară procesul de policondensare, care durează circa 6 ore, cu scindarea cantității de glicol corespunzător șarjei (circa 536 kg).

Sfîrșitul procesului de policondensare este marcat prin creșterea puterii preluată de motorul agitatorului, ca urmare a creșterii viscozității mediului odată cu formarea polimerului, și evacuarea glicolului rezultat prin scindare.

Practic, viscozitatea polimerului este măsurată prin puterea motorului.

La atingerea puterii prescrise se anulează programul de vid și se introduce presiune de azot în autoclavă pînă la 0,2 at.

Se oprește recircularea difilului, agitarea și încălzirea.

Pentru evacuarea topiturii de polimer se deschide ventilul duzei de la baza aparatului și se introduce presiune de azot în autoclavă pînă la 6 at. Topitura de polimer se evacuează sub formă de bandă, de 400 mm lățime și 3,5 mm grosime, sub apă, se răcește și se granulează, rezultînd granule cu 0,5% umiditate. Granulele se usucă și se transportă pneumatic în rezervoare celulare, unde se depozitează pentru filare.

Raportul de E.G. : D.M.T. utilizat curent este 68,5 : 100, cantitatea totală a unei șarje la încărcare este determinată de dimensiunile autoclavei.

Durata totală a unei operații este 11—12 ore.

Scanned with OKEN Scanner

Numărul de autoclave de transesterificare și de policondensare este determinat de cantitatea de polimer necesară pentru cantitatea în produs finit. Aparatele sînt identice și se montează în serie pe linii complete, pînă la granularea polimerului.

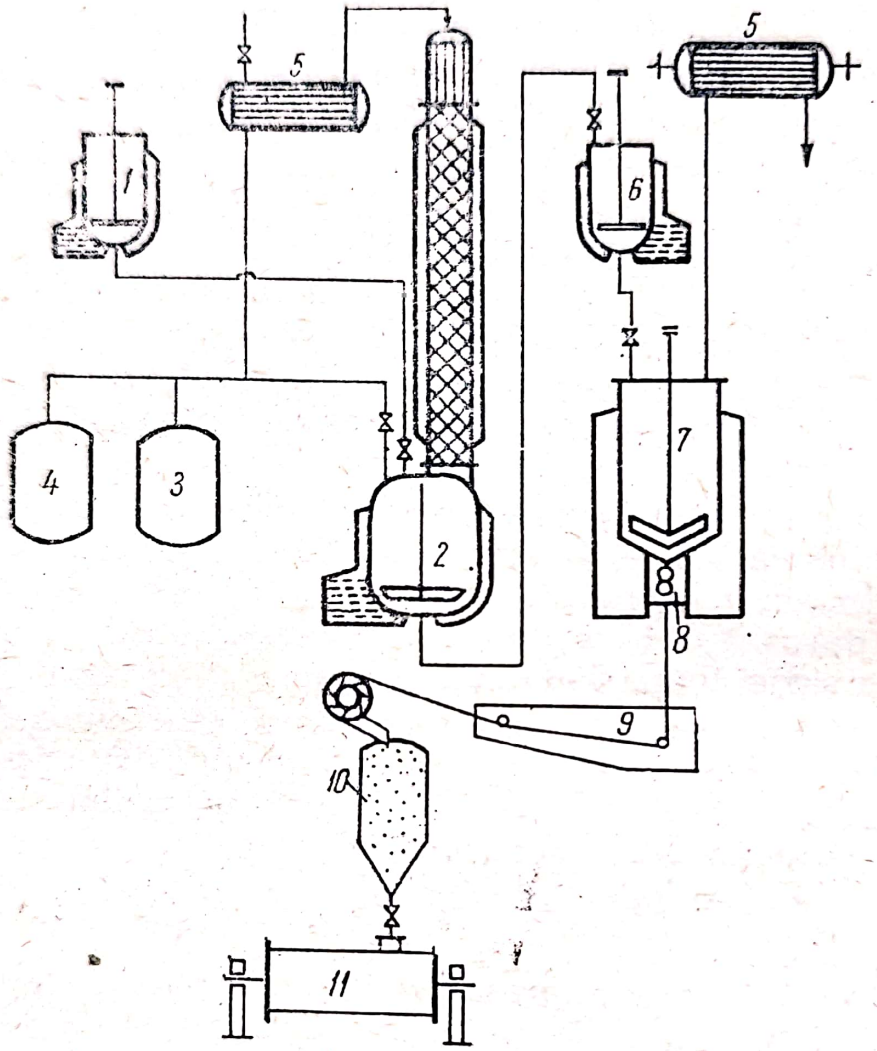


Fig. 56. Schema instalației de fabricare a polietilen-tereftalaltului :

1 — vas de topire ; *2* — reactor de transesterificare ; *3* — rezervor de metanol ; *4* — rezervor de glicol ; *5* — condensator ; *6* — reactor de precondensare ; *7* — reactor de policondensare în vid înaintat ; *8* — pompă de extrudare ; *9*— baie de răcire ; *10* — mașină de tăiat granule ; *11* — uscător rotativ cu vid.

În cazul polimerilor cu proprietăți speciale, pentru care sînt necesare cantități mai mici, se utilizează autoclave de dimensiuni reduse.

În schema din fig. 56 este prezentată o linie de transesterificare-policondensare-granulare, pentru polietilentereftalat.

Scanned with OKEN Scanner

Caracteristicile polimerului pentru fire și fibre poliesterice Terom sînt :

Sortimentul de PET	Viscozitate relativă	Punct de înmuiere, C°	Indice de galben %	Grad de luminozitate, %	Obs.
Polietilen tereftalat pentru fibră	780—820	258—263	8—20	min. 44	mat
PET — albit optic (fibră)	780—820	258—263	max. 15	min. 48	albit
PET pentru fibră antipiling	480—520	258—263	max. 30	min. 43	fibră specială
PET — negru pentru fire și fibre	830—860	257—261	—	—	negru
PET colorat cu diferiți pigmenți	810—850	257—261	—	—	colorat
PET pentru fire tehnice	870—890	257—261	max. 30	min. 25	
PET pentru fibre contractibile	800—840	218—223	8—20	min. 43	copoliester

Principalele consumuri de materii prime și auxiliare sînt :

D.M.T.	1,04	t/t
Etilenglicol	0,4	t/t
Acetat de zinc	0,088	kg/t
Acetat de calciu	0,035	kg/t
Trioxid de stibiu	0,33	kg/t
Matisant	4,1	kg/t
Acid fosforos	0,13	kg/t

C. FILAREA POLIETILEN-TEREFTALATULUI
(Fire și fibre poliesterice)

Filarea polietilentereftalatului se realizează practic după specificul filării din topitură, pe utilaje de același tip ca și în cazul filării policaprolactamei.

În prezent, liniile de filare moderne asigură productivitatea, calitatea și diversificarea sortimentelor în cele mai bune condiții.

Scanned with OKEN Scanner

Procesul tehnologic de obținere a firelor și fibrelor poliesterice prin filarea polietilen-tereftalatului cuprinde, în ordine cronologică, următoarele faze :

1) transportul pneumatic al granulelor ;
2) uscarea granulelor ;
3) topirea și extruderea polimerului ;
4) filarea topiturii în grinzile de filare ;
5) formarea filamentelor filate ;
6) tratarea cu preparație ;
7) colectarea și tragerea filamentelor ;
8a) ondularea și depunerea în căni (pentru fibre) ;
8b) depunerea pe bobine în cazul firelor.

Transportul pneumatic. Din silozuri, transportul granulelor se face sub presiune, granulele fiind alimentate prin roți cu cupe. Aerul comprimat pentru transport se realizează cu suflante speciale și este purificat printr-un filtru intermediar tip lumînare.

Transportul granulelor se aplică de la silozul pentru depozitare la rezervorul pentru uscător.

Uscarea granulelor. Uscătorul pentru granule se încălzește treptat. Umplerea uscătorului cu granule se face prin intermediul unor roți cu cupe. Uscătorul este reglat la temperatura de uscare dorită, la un grad de umplere care să asigure omogenizarea. Prin rotirea părții cilindrice a uscătorului granulele sînt permanent amestecate. Aerul cald circulă în direcția de curgere a granulelor și realizează uscarea.

Din uscător granulele se pot descărca într-un vas colector amplasat sub uscător, din care granulele prin conducte înclinate pot fi dirijate, prin cădere, la extrudere.

Parametrii principali ai uscării sînt :

— șarja de granule	1 000 kg
— turația corpului cilindric al uscătorului	1,5 rot/min
— temperatura aerului la intrare	185°C
— temperatura aerului la ieșire	170°C
— timp de uscare	80 min
— umiditatea granulelor la intrare	0,1—0,4%
— umiditatea finală a granulelor	0,01—0,02%

Granulele uscate sînt alimentate la extrudere.

Extruderea. Pentru a se realiza o filare corespunzătoare, granulele trebuiesc topite în condiții cît mai constante. Pentru realizarea topirii, omogenizarea topiturii și înaintarea continuă a topiturii în grinda de filare se utilizează extrudere orizontale. Extruderele sînt încălzite cu difil.

Scanned with OKEN Scanner

Înainte de începerea filării, se așteaptă ca extruderul și grinzile de filare să ajungă la temperatura de regim, după care se pornesc acționările.

Extruderele orizontale cu mai multe zone de încălzire, cu reglare automată, reprezintă în prezent cel mai ridicat nivel de utilaj pentru realizarea filării din topitură.

Capacitatea extruderelor poate fi diferită în funcție de programul de filare și de specificul mașinii de înfășurare.

Parametrii de filare ai extruderului sînt :

— cantitatea de topitură, 125—144 kg/oră ;

— temperatura la intrarea granulelor, 100—120°C ;

— temperatura zonelor de încălzire : 260°C, 270°C, 285°C, 290°C, 290—295°C.

Topitura debitată de extrudere este transportată în grinda de filare, în care sînt montate blocurile de filare, pompetele și filierele.

Blocul de filare este alcătuit, în direcția de filare, din mai multe straturi filtrante, care au rolul de a reține la curgerea topiturii toate impuritățile de diferite finețe, pentru a asigura filarea corectă fără defecțiuni pe lungimea filamentului și un timp convenabil pentru schimbarea filierelor.

Blocul de filare conține mai multe straturi de nisip filtrant (cuarț), de trei granulații distincte, introduse între site-suporți. După filtrarea prin cuarț, urmează trei straturi de site filtrante inoxidabile de 5 900 și 10 000 ochiuri/cm^2, cu site suport intermediare. În final se fixează filiera.

Topitura este presată spre filieră prin toate straturile filtrante care alcătuiesc blocul filierei. Blocul pregătit pentru montaj este preîncălzit într-o etuvă specială 3 ore la 270°C, temperatură la care blocul se montează în grinda de filare. Debitul de topitură din grinda de filare la filieră este asigurat de pompeta de filare (pompeta dozatoare).

Filarea din topitură se realizează, în numeroase cazuri, prin intermediul a două pompete pentru filieră, și anume : o pompetă de alimentare și o pompetă dozatoare.

În unele instalații se lucrează în mod corespunzător, numai cu pompeta dozatoare. Pompetele dozatoare trebuie să lucreze cu abateri de debit de maximum 1,5—2% pentru uniformitatea titrului. Ele sînt construite din oțeluri înnobilate speciale (conținînd Cr, Mo, V etc.), cu rezistență mare la temperatură și coeficient de dilatare redus. Pompetele pot fi construite cu diferite debite specifice care se aleg în funcție de finețea firului și filamentului filat. Pompetele sînt puse în mișcare de un ax cu reductor pentru toate locurile, corespunzînd unui extruder cu posibilitatea de reglare individuală.

Scanned with OKEN Scanner

Debitul topiturii la pompetă se calculează după titrul filat necesar pentru fiecare caz în parte, după relaţia generală :

$$Q = \frac{T_f \cdot V_f \cdot K_e \cdot K_u \cdot 100}{9\,000 \cdot \gamma \cdot \alpha}$$

în care : T este titrul etirat pe filieră, în den ;
V_f — viteza de filare, în m/min ;
K_e — raportul de etirare ;
K_u — coeficientul de umiditate ;
γ — greutatea specifică a topiturii, în g/cm^3 ;
α — procentul de polimer în topitură.

Exemplu de calcul pentru parametrii :

T_f = 336 orificii × 1,5 den/filament = 502 ;
V_f = 1 000 m/min ;
K_e = 1 : 5 ;
K = (0,98) pentru umiditatea 2 ;
γ_u = 1,30 g/cm^3 ;
α = 100%.

$$Q = \frac{502 \cdot 1\,000 \cdot 5 \cdot 0,98 \cdot 100}{9\,000 \cdot 1,30 \cdot 100} = \frac{502 \cdot 5 \cdot 0,98}{9 \cdot 1,30} = 208 \text{ g/min}.$$

Pentru o pompetă cu turaţia specifică T_{sp} = 20 g/rot, la debitul respectiv rezultă că numărul de ture N este :

$$N = \frac{208}{20} = 10,4 \text{ rot/min}.$$

Debitul se controlează periodic, cîntărindu-se cantitatea de topitură extrusă de filieră într-o perioadă de timp cronometrată şi transformînd prin calcul în g/min.

Corectarea titlului se aplică prin modificarea corespunzătoare a numărului de turaţii la pompetă. Operatorul specializat trebuie să cunoască folosirea corectă a acestor calcule în practică.

Acest model de calcul este valabil pentru toate tipurile de fibre filate din topitură. Pentru asigurarea fineţei produsului filat, în limitele admise, se impune o reglare perfectă a debitelor.

Filierele pot fi diferite din punct de vedere constructiv, în funcţie de sortimentul filat. Pentru filarea filamentelor de 1,2—6 den se utilizează filiere cu diametrul d = 134 mm şi 12 mm grosime, cu 60, 120, 200, 250 orificii cu diametrul d = 0,5 mm şi filiere cu 336 orificii, cu d = 0,25 mm, în funcţie de sortimentul filat.

Pentru fire continui de 45, 68, 75 den se utilizează alt tip de filiere, cu caracteristicile prezentate în tabelul 31.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 31

Caracteristicile filierelor funcție de sortimentul de fire

Titlul, den	Numărul de orificii	Diametrul orificiilor, mm	Lungimea capilarei, mm	Diametrul filierei, mm
45	20	0,25	0,5	65,5
68—150	32	0,25	0,5	65,5
150	16	0,25	0,5	65,5
250	12	0,25	0,5	65,5
1 000	200	0,35	0,7	134,5

Între titlul filamentului, viteza de filare și viteza de tragere există relații care determină parametrii de funcționare optimă pentru fiecare sortiment și care se stabilesc pe baza principiilor generale de filare.

Un astfel de exemplu se poate vedea în tabelul 32.

Tabelul 32

Parametrii de funcționare

Titlul, den	Cantitatea debitată, g/min	Numărul de orificii/diametru	Secțiunea orificiuuli, mm²	Viteza de extrudere, m/min	Viteza de tragere, m/min	Întinderea la filieră
1,3	173	336/0,25	0,04906	8,8	1 100	144
3,0	300	250/0,15	0,19625	4,41	945	214
4,0	300	200/0,5	0,19625	5,52	935	169
3.0	185	200/0,5	0,19625	6,13	1 370	224
4,0	240	120/0,5	0,19625	7,35	1 370	187
6,0	165	60/0,5	0,19625	10,02	1 120	112

În cazul fibrelor filate din topitură întinderea la filieră trebuie să fie intens pozitivă, determinînd o preorientare a firului. Această preorientare trebuie să fie aplicată egal pentru fiecare loc de preluare, pentru a se obține în continuare o comportare uniformă la faza de etirare.

Formarea filamentelor filate. De la filieră, șuvițele (mănunchiul) de filamente proaspăt filate sînt dirijate la mașina de preluare (mașina de înfășurare), trecînd prin dulapul de solidificare (coagulare) unde este insuflat aer de răcire pentru formarea corectă a firului. Dulapul de solidificare se mai numește turn de răcire, turn de condiționare sau tub de răcire.

Scanned with OKEN Scanner

Dulapul de solidificare a firelor filate poate fi cilindric sau cu secțiune dreptunghiulară. Curgerea filamentelor are loc de sus în jos, prin dulapul de solidificare, către mașina de înfășurare. În interiorul tubului filamentele sînt suflate cu aer, distribuit pe lungimea tubului prin site speciale.

Curentul de aer trebuie să fie reglat și controlat pentru a asigura trecerea uniformă fără variații. În acest punct este influențată structura firului și se pot obține vibrații de diametru pe lungimi scurte și variații ale caracteristicilor în cazul curentului de insuflare inconstant.

Mașina de preluarea firelor (mașina de înfășurare). În continuare, filamentele care au parcurs tuburile de coagulare sînt preluate de rolele mașinii de înfășurare.

În zona dintre partea finală a tubului și rola de preluare (galet) se aplică tratarea pentru umidificare și uleiere cu soluții de preparație. Tratarea se face cu ajutorul unei role de uleiere, prin contactul tangențial al filamentelor pe suprafața rolelor. Prin aceasta se obține un tușeu corespunzător, adeziunea filamentelor și reducerea posibilităților de încărcare electrostatică, ceea ce asigură depunerea pe bobine sau colectarea cablului și în continuare etirarea.

Produsele utilizate pentru soluțiile de preparație pentru firele și fibrele poliesterice au, în general, un caracter emolient și antistatic și se deosebesc în funcție de finețea filamentului de bază și de prelucrarea ulterioară a acestora. Pînă în prezent se utilizează, în acest scop, produse ale firmei „Höchs“ (denumirea comercială Mediolan și Leomin) de mai multe tipuri, care sînt emulsionate în apă la concentrație de 2—3 g/l.

Pentru asigurarea preluării uniforme a soluției de preparație în produsul filat, se stabilește turația roții de tratare la o valoare corespunzătoare și se păstrează constantă. De exemplu, pentru fibre se aplică 100—110 rot/min, cu antrenare de circa 20% soluție față de greutatea filamentelor.

Mașina de preluare a firelor (mașina de înfășurare) este, în general, asemănătoare cu mașina de înfășurare pentru fire și fibre poliamidice, de aceea nu se vor mai prezenta detalii.

În figurile 57, 58 și 59 sînt prezentate respectiv dulapul de solidificare, mașina de înfășurare cu depunere în cablu și mașina de înfășurare cu depunere pe bobine.

De la mașina de înfășurare produsele sub formă de cablu depus în căni cilindrice pentru fibre, sau pe bobine pentru fire, sînt dirijate către sectorul de prelucrare textilă.

Scanned with OKEN Scanner

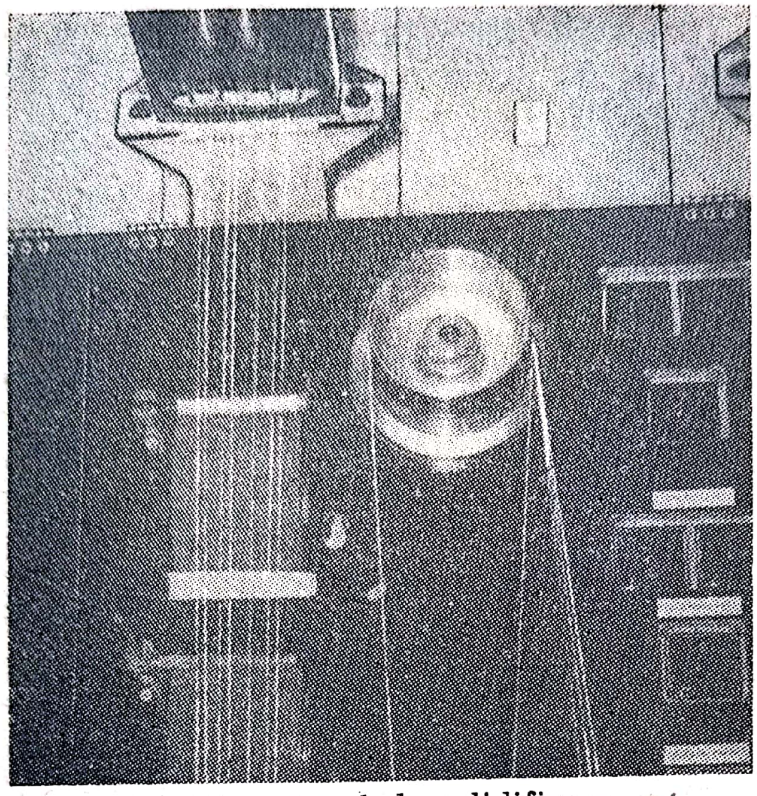


Fig. 57. Dulapul de solidificare.

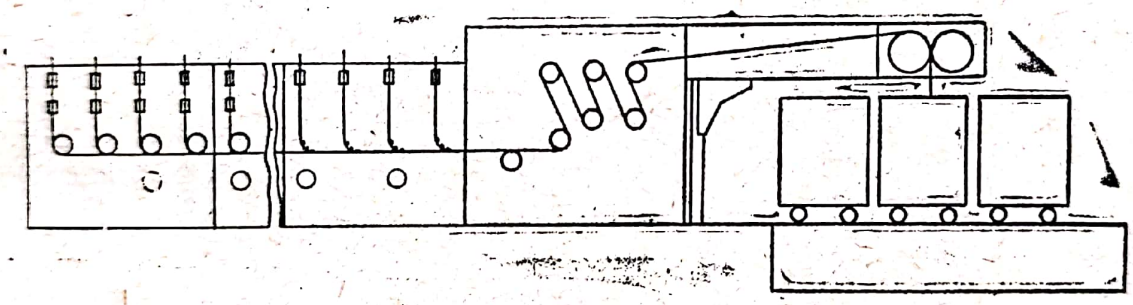


Fig. 58. Schema de principiu a mașinii de înfășurare. cu depunere în cablu.

Pentru asigurarea funcționării corecte și realizarea constantă a calității în această fază se impune o pregătire temeinică și detaliată a personalului de execuție, prin însușirea instrucțiunilor de lucru.

Vom prezenta numai cîteva indicații privind calitatea, care interesează operatorii de la filatură și înfășurare :

— manipularea filierelor cu exigență pentru păstrarea nealterată a suprafețelor și orificiilor ;

— schimbarea la timp a filierelor și curățirea corectă ;

— respectarea structurii straturilor filtrante pentru fiecare loc de filare ;

— respectarea temperaturii pe zonele extruderului ;

— respectarea temperaturii în grinda de filare ;

Scanned with OKEN Scanner

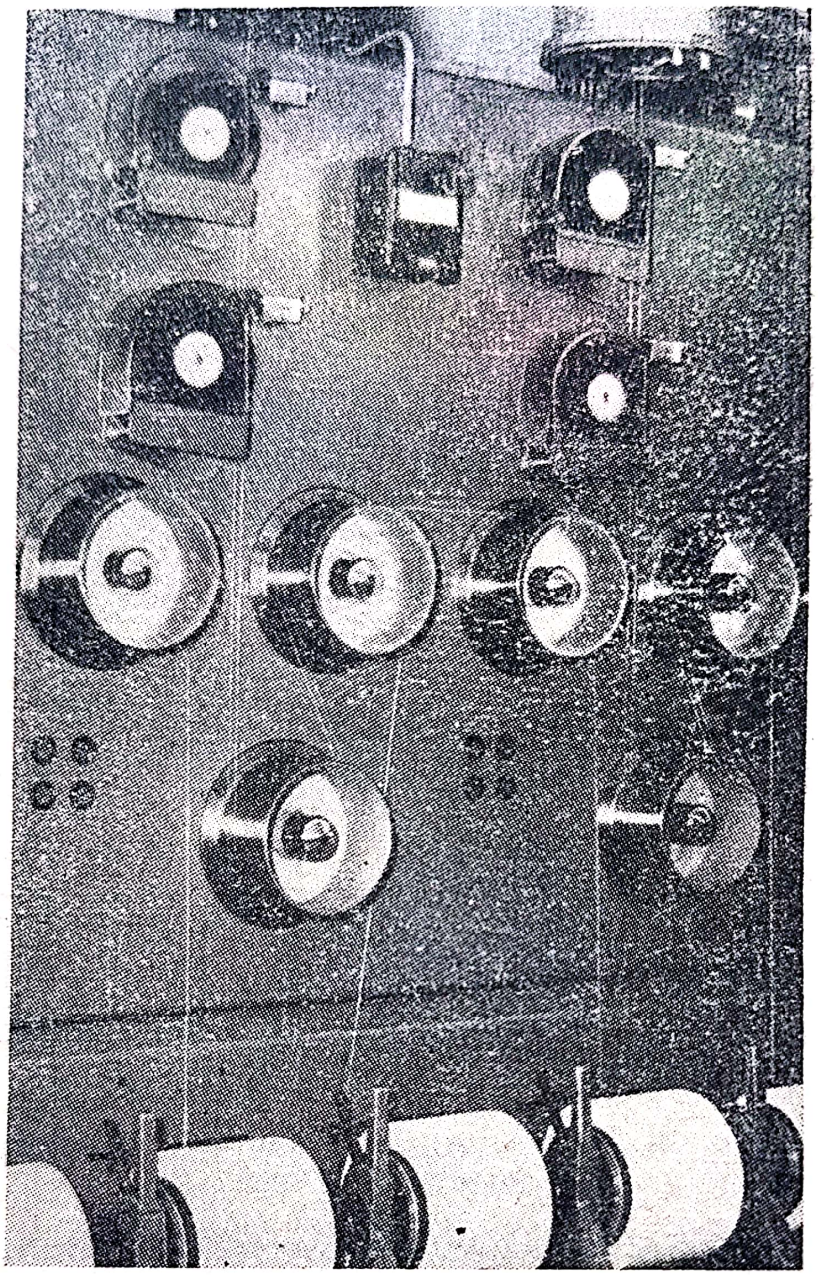


Fig. 59. Maşina de înfăşurare cu depunere pe bobine.

— respectarea temperaturii de montare a blocului filierei ;
— verificarea debitului pompetelor pentru uniformitatea titlului ;
— controlul permanent al aerului de insuflare ;
— verificarea debitelor la schimbarea titlului de filare ;
— prepararea corectă a soluţiilor de preparaţie ;
— verificarea turaţiei rolelor şi circulaţiei corecte a soluţiilor în maşina de înfăşurare ;
— curăţirea rolelor şi conducătorilor de fir după program ;

Scanned with OKEN Scanner

— verificarea uniformității secțiunii filamentelor și depistarea filamentelor lipsă ;

— executarea programului de luarea probelor stabilit pentru laboratorul de control și urmărirea rezultatelor.

Pentru cazul depunerii firelor pe bobine, se urmărește în mod deosebit următoarele :

— forma corespunzătoare a stratului depus pe bobină ;

— distanța corespunzătoare de margini a stratului depus de cursa conducătorului de fir ;

— starea fizică a conducătorului de fir și a altor organe de frecare cu firul ;

— depistarea filamentelor rupte și a firelor întrerupte ;

— respectarea lungimii de fir corespunzătoare pentru etirare (bobinele mici produc deșeuri) ;

— respectarea titlului filat pentru toate posturile de filare ;

— verificarea tangenței la rolele de preparație a tuturor posturilor de filare pentru asigurarea tratării uniforme ;

— în cazul înfășurării duble (tandem) se urmărește să nu migreze filamentele de la o bobină la alta, ceea ce ar conduce la defecte de titlu ;

— respectarea cu strictețe a marcajului bobinelor pe tot fluxul tehnologic.

În etapa 1981—1985 se dezvoltă filarea rapidă la firele poliesterice, care permite funcționarea la viteze mari (3000—4000 m/min), ceea ce conduce la o productivitate mare.

Capitolul VIII

FIBRE POLIPROPILENICE

A. CONSIDERAȚII GENERALE

Polipropilena este un polimer carbocatenar (lanțul macromolecular este alcătuit numai din atomi de carbon), obținut prin polimerizarea propilenei, reacția globală putînd fi reprezentată astfel :

$$n\,CH_2{=}\underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{CH}} \xrightarrow{\text{Catalizator}} \left(-CH_2-\underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{CH}}-\right)_n$$

Propilenă — Polipropilenă

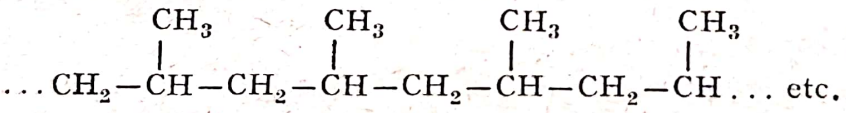
Pînă în anul 1954 propilena nu a putut fi polimerizată. În anul 1953 Karl Ziegler a reușit să polimerizeze etilena la presiuni și temperaturi obișnuite cu ajutorul unor catalizatori pe bază de alchili de aluminiu și tetraclorură de titan. Pe baza acestei lucrări, în anul 1954 Giullio Natta a reușit să polimerizeze, alături de alți monomeri vinilici, și propilena.

Pentru descoperirea acestor tipuri de catalizatori, care induc polimerizarea stereospecifică a olefinelor, K. Ziegler și G. Natta au primit premiul Nobel pentru chimie, iar sistemele catalitice pe bază de alchili de aluminiu și halogenuri de titan se numesc curent catalizator de tip Ziegler-Natta.

În prima jumătate a anului 1954, la Institutul de Chimie Industrială a Politehnicii din Milano s-au obținut, prin filare din topitură, primele fibre de polipropilenă.

Polimerizarea stereospecifică este acel tip de polimerizare în care monomerul este introdus în lanțul polimer în creștere numai într-un anumit mod, într-o geometrie perfect controlată, avînd drept rezultat obținerea unor polimeri caracterizați printr-o înaltă ordine internă, numiți pe scurt *polimeri stereoregulați (stereospecifici).*

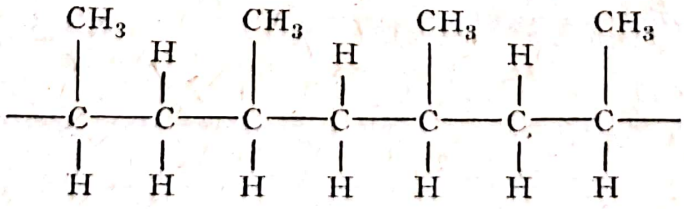
După cum se constată, polipropilena are ca substituent lateral grupa metil (—CH_3) :



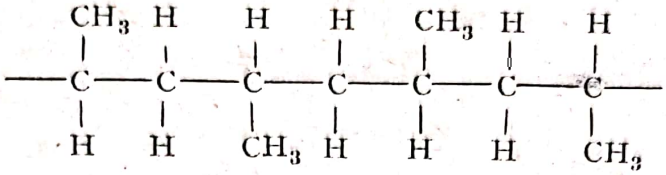
După modul de așezare a grupei metil față de planul catenei principale de atomi de carbon se pot distinge următoarele structuri :

P o l i p r o p i l e n a i z o t a c t i c ă. Structura izotactică se remarcă prin dispunerea regulată a tuturor substituenților (în cazul de față grupa de metil), de aceeași parte a planului catenei principale a atomilor de carbon.

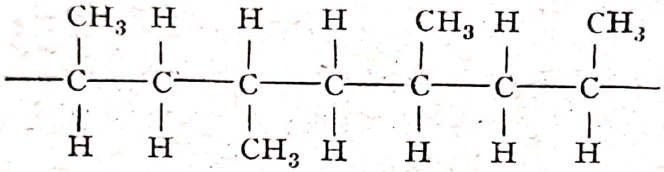
Această structură se reprezintă schematic, în forma cea mai simplă, astfel :



Polipropilena sindiotactică. Structura sindiotactică se caracterizează printr-o alternanță regulată a substituenților, de o parte și de alta a planului catenei principale :



Polipropilena atactică. Structura atactică se caracterizează printr-o alternanță neregulată, întîmplătoare, a substituentului, de o parte și de alta a planului catenei principale :



Polimerii izotactici și sindiotactici, datorită structurii lor ordonate, se numesc *stereospecifici,* iar polimerii atactici, datorită aranjării întîmplătoare a substituenților în catena principală, se numesc *nestereospecifici.*

Datorită structurii regulate polimerii stereospecifici se deosebesc de cei nestereospecifici prin faptul că au un grad de cristalinitate mai ridicat, un punct de topire mai înalt, o densitate mai mare, solubilitate mai redusă în solvenți, precum și o rezistență mecanică net superioară.

Dintre toți stereoizomerii prezentați mai înainte, numai polipropilena izotactică se utilizează pentru obținerea fibrelor sintetice.

Se consideră, în general, că conținutul de polimer izotactic în polipropilenă pentru fibre trebuie să fie de minimum 95—97%.

Polipropilena izotactică, datorită structurii sale regulate, are un grad înalt de cristalinitate (50—70%), fiind insolubilă în eter, *n*-heptan și alte hidrocarburi alifatice în care este solubilă polipropilena atactică.

Polipropilena atactică poate fi separată de cea izotactică prin extracție cu solvenți : *n*-hexan, *n*-heptan, fracțiuni ușoare de benzine etc. Polipropilena izotactică este solubilă într-un număr foarte mic de solvenți : decalină, tetralină, unele hidrocarburi aromatice și halogenurile lor, white-spiritul în care se dizolvă relativ greu și numai la temperaturi ridicate. Polimerul izotactic este, de asemenea, foarte rezistent la acțiunea acizilor și bazelor anorganice.

Masa moleculară a polipropilenei pentru fibre se află în domeniul 150 000—300 000. Ținînd cont că în procesul de granulare și filare polipropilena suferă o scădere a masei moleculare prin

degradare termică, masa moleculară a polipropilenei din fibra finală variază între 100 000 și 150 000.

Polipropilena se filează industrial numai din topitură, la temperaturi mult mai ridicate decît în cazul altor polimeri, cam la 250—330°C, și după unii autori chiar la 360°C.

Polipropilena stereospecifică a fost studiată în țara noastră la instalația pilot de la Uzina chimică Dudești (ICECHIM) și la instalația semiindustrială de la Pitești.

Cele mai cunoscute denumiri comerciale pentru fibre polipropilenice sînt : fibra Meraklon (Montecatini — Italia), Ulstron R (I.C.I. — Anglia).

B. MATERII PRIME ȘI AUXILIARE FOLOSITE LA OBȚINEREA POLIPROPILENEI PENTRU FIBRE

1. PROPILENA

$$(CH_2{=}{=}\underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{C}}H)$$

Propilena este cel mai ieftin monomer. Astăzi toată producția de propilenă este de origine petrochimică, cu două surse principale de obținere a propilenei : gazele de rafinărie de la cracarea termică și catalitică a produselor petroliere și gazele de reacție de la cracarea propanului. Conținutul în propilenă (în % vol.) a acestor gaze este următorul :

— gaze reziduale de rafinărie 9% ;
— gaze de la cracarea catalitică 6,8% ;
— gaze de la cracarea propanului 8%.

De exemplu, în cazul cracării propanului au loc două reacții paralele, prima reacție avînd o pondere mai ridicată :

$$\underset{\text{Propan}}{CH_3{-}CH_2{-}CH_3} \xrightarrow{t°C(700-800°C} \underset{\text{Etilenă}}{CH_2{=}CH_2} + CH_4$$

$$CH_3{-}CH_2{-}CH_3 \xrightarrow{700-800°C} \underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{C}}H_2{=}CH + H_2$$

Propilenă

În urma unei prime operații de separare prin rectificare la presiuni joase se obține un concentrat de propilenă care conține propan alături de mici cantități de etilenă și etan.

Propilena pentru polimerizare se obține supunînd acest amestec la operații suplimentare de purificare, separarea de propan

realizîndu-se foarte greu, deoarece diferența de puncte de fierbere este foarte mică, numai 5,6°C (propilena p. f. — 47,7 și propan p. f. —42,7°C la 760 mm Hg).

Separarea se realizează prin distilare la temperaturi scăzute în coloane de mare eficacitate, la raţii mari de reflux. La noi în țară propilena se produce la Brazi, Piteşti și Rîmnicu Vîlcea.

Propilena folosită pentru polimerizare trebuie să satisfacă condiţii de calitate foarte severe datorită reactivităţii deosebite a catalizatorilor de tip Ziegler-Natta. Oxigenul, CO, CO_2, apa și compușii cu sulf trebuie îndepărtaţi cît mai riguros, căci altfel pot dezactiva parțial sau total catalizatorii. De asemenea, prezența altor olefine are o influență nocivă asupra calităţii polimerului final.

În tabelele 33 și 34 sînt date compoziţia propilenei folosită la polimerizare și unele constante ale acesteia.

Tabelul 33

Compoziţia propilenei pentru polimerizare

Componenta	Unitatea de măsură	Valoarea
Propilenă	% greutate	99,5—99,7
Acetilenă	p.p.m.	max. 10
Olefine	p.p.m.	max. 10
Hidrocarburi C_2+C_3	% greutate	max. 0,5
Oxigen	p.p.m.	max. 15
Hidrogen	p.p.m.	max. 5
CO_2+CO	p.p.m.	max. 10
Apă	p.p.m.	max. 10
Compuși cu sulf	p.p.m.	max. 5

Tabelul 34

Cîteva constante fizice ale propilenei

Constanta	Unitatea de măsură	Valorea
Masa moleculară	—	42,078
Temperatura de topire	°C	—185,25
Temperatura de fierbere (760 mm Hg)	°C	— 47,7
Densitatea în raport cu aerul	—	1,49
Densitatea critică	g/ml	0,223
Limitele de explozie (20°C și 760 mm Hg)	% vol.	
— superioară		2,0
— inferioară		11,1
Solubilitatea la 20°C și presiune normală		
— apă	cm^3/cm^3	44,6
— etanol		1 250,0

Scanned with OKEN Scanner

2. MEDIUL DE REACȚIE

În general, se folosesc drept medii de reacție (solvenți) hidrocarburi parafinice ca : normal hexan, normal heptan, sau fracțiuni ușoare de benzină cu limite de fierbere între 70 și 140°C.

Caracteristica principală a acestor medii pentru polimerizarea propilenei este : lipsa hidrocarburilor olefinice și aromatice, conținut foarte scăzut de impurități ca sulfuri și fier și un conținut de apă mai mic de 40 p.p.m. deoarece aceasta dezactivează complexul catalitic. Solvenții, înainte de a fi introduși în reactorul de polimerizare, se usucă pe coloane cu site moleculare de 4 Å.

3. COMPLEXUL CATALITIC

Complexul catalitic de tip Ziegler-Natta este produsul de reacție dintre un compus organo-metalic ca alchilii de aluminiu și o halogenură de metal tranzițional (de titan, vanadiu, stibiu, aluminiu etc.). Complexul catalitic rezultat este insolubil în mediul de polimerizare, reacția de sinteză a polipropilenei fiind o cataliză eterogenă, suprafața catalizatorului având probabil rolul principal în obținerea structurii izotactice. Propilena este puternic adsorbită pe suprafața cristalină a complexului catalitic, cu substituentul metil în afara suprafeței (datorită efectelor geometrice-sterice), formîndu-se astfel secvențele izotactice. Centrii activi de pe suprafețele și muchiile complexului catalitic sînt *stereospecifice*, iar centrii activi de pe colțurile rețelei cristaline, datorită numărului mai mare de grade de libertate de așezare a monomerului, se numesc *nestereospecifice* și duc la secvențe atactice în polimer.

Alchilii de aluminiu. Alchilii de aluminiu se obțin, în general, din reacția dintre aluminiu metalic și halogenuri de alchili (de metil, etil, izobutil etc.), dizolvați în hidrocarburi saturate :

$$2Al + 3C_2H_5Cl \rightarrow C_2H_5AlCl_2 + (C_2H_5)_2AlCl$$

Reducerea prin încălzire cu sodiu (magneziu) metalic duce la trietilaluminiu :

$$C_2H_5AlCl_2 + (C_2H_5)_2AlCl + 3Na \rightarrow (C_2H_5)_3Al + Al + 3NaCl$$

Alchilii de aluminiu sînt foarte solubili în hidrocarburi, reacționează violent cu apa și oxigenul, ducînd la hidrocarburi și hidroxid de aluminiu (inactiv în polimerizarea propilenei) :

$$\begin{matrix} C_2H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>\!Al - C_2H_5 + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + 3C_2H_6$$

Trietil aluminiu — Hidroxid de aluminiu — Etan

Scanned with OKEN Scanner

Înalta reactivitate a alchililor de aluminiu presupune precauţii la manipulare şi stocare (se manevrează ca soluţii în hidrocarburi şi numai sub atmosferă inertă).

În tabelul 35 sînt date proprietăţile fizice ale cîtorva alchili de aluminiu întrebuinţaţi în polimerizarea propilenei.

Tabelul 35

Caracteristicile unor alchili de aluminiu

Denumirea	Formula	Stare fizică la 25°C	Densitatea la 20°C, g/ml	Punctul de topire, °C	Punctul de fierbere, °C
Trietil aluminiu	$Al(C_2H_5)_3$	Lichid incolor	0,837	—50,5	185,6
Triizobutil aluminiu	$Al(C_4H_9)_3$	Idem	0,786	4,3	86/10 mm Hg
Monoclorură de dietil aluminiu	$Al(C_2H_5)_2Cl$	Idem	0,958 (25°C)	—74	208
Biclorură de etil aluminiu	$Al(C_2H_5)Cl_2$	Solid alb cristalin	1,201 (38°C)	32	115/50 mm Hg

Natura alchilului de aluminiu are o influenţă puternică asupra stereospecificităţii polimerului rezultat, care descreşte în ordinea :

$$(C_2H_5)_2AlI > (C_2H_5)_2AlBr > (C_2H_5)_2AlCl > (C_2H_5)_2AlF \approx (C_2H_5)_3Al$$

De asemenea, stereospecificitatea scade cu creşterea volumului grupei alchil ataşată de aluminiu, gradul cel mai înalt de stereoregularitate obţinîndu-se la grupa etil :

$$\text{etil} > \text{propil} < \text{hexil} > \text{hexadecil}$$

Pe baza acestor considerente şi pe baza unor criterii de ordin economic, cel mai întrebuinţat alchil de aluminiu pentru obţinerea de polipropilenă izotactică este monoclorura de dietil-aluminiu (MCDA), cu formula :

$$\begin{matrix} CH_3-CH_2 \\ CH_3-CH_2 \end{matrix} \!\!> Al--Cl$$

Caracteristicile principale ale MCDA sînt :

Masa moleculară	M=120,56
Punctul de fierbere, °C/mm Hg	208/760
	95/16

Înalta reactivitate a alchililor de aluminiu presupune precauţii la manipulare şi stocare (se manevrează ca soluţii în hidrocarburi şi numai sub atmosferă inertă).

În tabelul 35 sînt date proprietăţile fizice ale cîtorva alchili de aluminiu întrebuinţaţi în polimerizarea propilenei.

Tabelul 35

Caracteristicile unor alchili de aluminiu

Denumirea	Formula	Stare fizică la 25°C	Densitatea la 20°C, g/ml	Punctul de topire, °C	Punctul de fierbere, °C
Trietil aluminiu	$Al(C_2H_5)_3$	Lichid incolor	0,837	—50,5	185,6
Triizobutil aluminiu	$Al(C_4H_9)_3$	Idem	0,786	4,3	86/10 mm Hg
Monoclorură de dietil aluminiu	$Al(C_2H_5)_2Cl$	Idem	0,958 (25°C)	—74	208
Biclorură de etil aluminiu	$Al(C_2H_5)Cl_2$	Solid alb cristalin	1,201 (38°C)	32	115/50 mm Hg

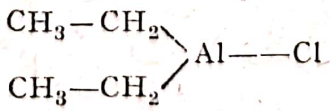
Natura alchilului de aluminiu are o influenţă puternică asupra stereospecificităţii polimerului rezultat, care descreşte în ordinea :

$$(C_2H_5)_2AlI > (C_2H_5)_2AlBr > (C_2H_5)_2AlCl > (C_2H_5)_2AlF \approx (C_2H_5)_3Al$$

De asemenea, stereospecificitatea scade cu creşterea volumului grupei alchil ataşată de aluminiu, gradul cel mai înalt de stereoregularitate obţinîndu-se la grupa etil :

$$\text{etil} > \text{propil} < \text{hexil} > \text{hexadecil}$$

Pe baza acestor considerente şi pe baza unor criterii de ordin economic, cel mai întrebuinţat alchil de aluminiu pentru obţinerea de polipropilenă izotactică este monoclorura de dietil-aluminiu (MCDA), cu formula :



Caracteristicile principale ale MCDA sînt :

Masa moleculară	M = 120,56
Punctul de fierbere, °C/mm Hg	208/760
	95/16

Scanned with OKEN Scanner

Densitatea, g/ml	0,97/20°C 0,958/25°C
Viscozitatea	1,8
Aluminiu, %	21
Raportul Cl/Al	0,97—1,03

Halogenurile de metale tranziționale. Halogenurile de metale tranziționale folosite cel mai des în polimerizarea stereospecifică a olefinelor sînt :

$TiCl_4$ (tetraclorură de titan) ;
$TiCl_3$ (triclorura de titan) ;
VCl_3, VCl_5 (clorurile de vanadiu) ;
$VOCl_3$ (triclorura de oxovanadii) ;
$SbCl_3$ (triclorura de stibiu) ;
$AlCl_3$ (triclorura de aluminiu).

Gradul cel mai înalt de stereospecificitate se atinge cu triclorura de titan, care există în patru modificații cristaline : alfa, beta, gama și delta. Dintre acestea numai modificațiile alfa, gama și delta sînt stereospecifice (egale între ele în ceea ce privește stereospecificitatea), modificația beta ducînd la polimeri cu un conținut scăzut de polimer izotactic (max. 35%). Cel mai des folosită pentru obținerea de polipropilenă izotactică este modificația cristalină alfa a $TiCl_3$ care duce la un conținut de 85—90% polimer izotactic.

În general, triclorura de titan (forma alfa) se livrează în amestec cu triclorura de aluminiu (3 mol $TiCl_3$ la 1 mol $AlCl_3$), acesta fiind produsul comercial care duce la o viteză mare de polimerizare a propilenei.

Acest amestec are următoarele caracteristici :

Densitate	2,6 g/cm³
Punct de sublimare	225°C/1 mm Hg
Titan (III)	23,2±1%
$TiCl_3$	75±3%
Titan (IV)	max. 2%
Fe	max. 0,3%
Cl	68—71%
Al	4—5%

În general, în sintezele industriale raportul gravimetric dintre alchilul de aluminiu și $TiCl_3$ este de 1 : 1,5.

Scanned with OKEN Scanner

4. ALTE MATERIALE NECESARE SINTEZEI POLIPROPILENEI

Agenţii de dezactivare a complexului catalitic. După reacţie, complexul catalitic se dezactivează prin tratarea cu alcooli metilic, etilic, propilic, butilic. Atît compuşii de aluminiu cît şi cei de titan trec în alcoolaţi solubili în alcoolul respectiv :

$$Al(C_2H_5)_2Cl + 3CH_3OH \rightarrow \underset{\text{Alcoolat (metanolat) de aluminiu}}{Al(OCH_3)_3} + HCl + 2C_2H_6 \uparrow \text{ etan}$$

$$TiCl_3 + 3CH_3OH \rightarrow \underset{\text{Alcoolat de titan}}{Ti(OCH_3)_3} + HCl$$

Regulatori de masă moleculară. Masa moleculară poate fi reglată prin adaosul unor compuşi ca : hidrogenul sub presiune, $Zn(C_2H_5)_2$ (dietil-zincul), $Cd(C_2H_5)_2$ (dietil-cadmiu), HCl etc. care scad masa moleculară şi compuşi cu oxigen (ca eteri), azot (amine terţiare) care cresc masa moleculară.

Mediul inert. Acesta este de obicei azot care conţine, în general, mai puţin de 5 p.p.m. oxigen, oxigenul dezactivînd complexul catalitic.

Se utilizează, de asemenea, agenţi inhibitori pentru stabilitate termică (stabilizatori termici), precum şi stabilizatori de lumină pentru asigurarea proprietăţilor fibrei.

C. TEHNOLOGIA POLIMERIZĂRII STEREOSPECIFICE A PROPILENEI

Obţinerea polipropilenei izotactice pentru fibre ale loc în patru faze distincte :

— prepararea complexului catalitic ;

— polimerizarea ;

— purificarea polimerului (înlăturarea atacticelor şi catalizatorilor) ;

— granularea polipropilenei.

Schema tehnologică de fabricare a polipropilenei poate fi urmărită în fig. 60.

Scanned with OKEN Scanner

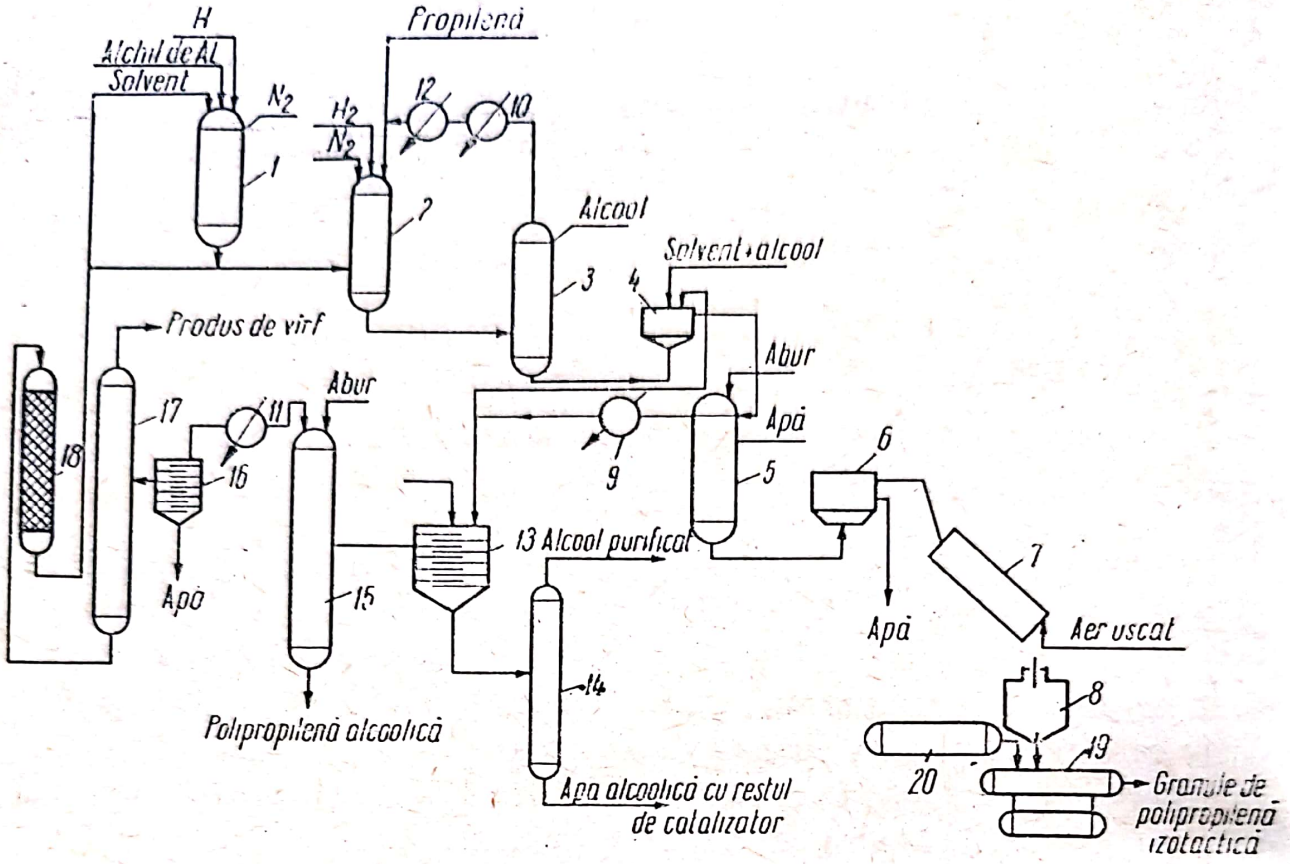


Fig. 60. Schema tehnologică de obținere a polipropilenei izotactice :
1 — vas pentru prepararea complexului catalitic ; *2* — reactor de polimerizare ; *3* — vas de neutralizare catalizator și degazare ; *4* — centrifugă filtrare *I* ; *5* — vas de spălare cu apă și antrenare cu abur ; *6* — centrifugă filtrare *II* ; *7* — uscător cu aer cald ; *8* — buncăr ; *9, 10, 11* — condensator ; *12* — compresor pentru propilenă degradată ; *13* — vas florentin ; *14* — separator de catalizator ; *15* — vas de antrenare cu abur a solventului ; *16* — vas florentin ; *17* — coloană de distilare a solventului ; *18* — coloană cu site moleculare pentru uscarea solventului ; *19* — extruder ; *20* — vas stabilizator.

1. PREPARAREA COMPLEXULUI CATALITIC

Inițial, într-un vas separat de cel de polimerizare, se prepară complexul catalitic prin reacția dintre triclorura de titan și monoclorura de dietil-aluminiu (MCDA), într-o cantitate suficientă pentru mai multe șarje. Complexarea are loc în același solvent în care are loc polimerizarea. În vasul *1* (fig. 60) sub agitare, în solventul respectiv (*n*-hexan, *n*-heptan, fracțiuni ușoare de benzină) se adaugă triclorură de titan (ca suspensie în solvent) și apoi MCDA ca soluție în solventul de reacție. Reacția de complexare are loc la 70°C, complexul catalitic se păstrează activ în vas la 40—70°C, sub atmosferă inertă de azot (cu<5 p.p.m. oxigen). Complexul catalitic este insolubil în mediul de reacție.

Scanned with OKEN Scanner

2. POLIMERIZAREA

Suspensia de catalizator este trecută împreună cu o cantitate proaspătă de solvent în reactorul de polimerizare 2. Mediul de reacție este solvent pentru propilenă și polimerul atactic și nesolvent pentru complexul catalitic și polimerul izotactic.

Reactorul 2 este un vas de presiune (maximum 20 at) cu agitator, prevăzut cu manta de încălzire-răcire (pentru preluarea căldurii de polimerizare de 590 cal/g). În această masă eterogenă se alimentează propilena la 6—10 at și 50—80°C (temperatura optimă fiind 70°C). Reacția de polimerizare durează 2—5 ore, obținîndu-se o conversie de 55—70%. Terciul de polimer în solvent trebuie să aibă o concentrație de maximum 40% pentru a putea fi ușor vehiculat.

Masa moleculară n poate fi reglată cu ajutorul presiunii parțiale de hidrogen, bine controlată, după cum se poate urmări în tabelul 36.

Tabelul 36

Dependența masei moleculare medii de presiunea parțială de hidrogen

Presiunea de hidrogen, at	0	0,013	0,033	0,065
Masa moleculară medie	480 000	110 000	72 000	62 000

De asemenea, trebuie controlată foarte bine temperatura deoarece o creștere de temperatură peste domeniul de reacție (50—80°C) duce la scăderea conținutului de polimer izotactic și a masei moleculare, după cum se poate vedea în tabelul 37.

Tabelul 37

Influența temperaturii la recție asupra M și asupra stereospecificității

Temperatura, °C	163	120	95	78
Masa moleculară medie, M	64 000	85 000	106 000	182 000
Polimer izotactic, %	34	70	73	77

Scanned with OKEN Scanner

3. PURIFICAREA POLIMERULUI

După polimerizare, masa de reacție este trecută în vasul 3, unde are loc dezactivarea complexului catalitic cu metanol (sau alți alcooli).

Dezactivarea are loc foarte rapid formîndu-se alcoolați de Ti și Al solubili în alcoolul respectiv. După această dezactivare are loc degazarea mediului de reacție de propilena nereacționată, prin aducere la presiunea atmosferică. Propilena degazată este comprimată și reintrodusă în circuit.

Suspensia de polimer în benzină împreună cu stratul alcoolic lichid sînt supuse unei centrifugări filtrante, în centrifuga *4* rămînînd polimerul izotactic, iar lichidul este îndepărtat, el conținînd solventul cu polipropilena atactică și ca un strat nemiscibil cu primul, cu catalizatorii dizolvați în el. Polimerul este spălat pe centrifugă cu o porție proaspătă de alcool și solvent. Polimerul izotactic de pe centrifugă se introduce într-un vas, *5*, unde este agitat împreună cu apă ; resturile de solvent de pe particulele de polimer sînt antrenate cu abur. Polimerul spălat, eliberat de ultimile resturi de solvent, este centrifugat pe o centrifugă filtrantă *6* unde se separă de apă și apoi turtele umede de polipropilenă sînt trecute într-un uscător, cu aer cald 7. Praful uscat de polimer este trecut apoi într-un buncăr *8*, unde se pot amesteca mai multe șarje de polimer. Se obține în final un polimer cu un conținut de 95—99% polimer izotactic.

4. GRANULAREA POLIPROPILENEI IZOTACTICE

Polimerul praf este amestecat cu antioxidanți, stabilizatori termici și de lumină, iar apoi amestecul este trecut într-un extruder *19*, și granulat.

Solventul de reacție și alcoolul de dezactivare se recuperează prin distilări în coloane, după cum se poate vedea în fig. 60. În urma distilării solventului se obține un produs secundar, polipropilena atactică, care se folosește la fabricarea benzilor adezive și ca agent de grefare. Înainte de a fi reintrodus în circuit solventul se usucă pe coloane cu site moleculare de 4 Å.

Scanned with OKEN Scanner

D. FILAREA POLIPROPILENEI

Filarea polipropilenei se realizează după principiile generale cunoscute la filarea din topitură, utilizînd polimerul sub formă de granule.

Fazele procesului sînt :

— uscarea granulelor și omogenizarea cu granule colorante ;
— extrudarea ;
— înfășurarea firelor pe bobine sau colectarea cablului în căni ;
— etirarea și prelucrarea textilă.

Utilajele folosite sînt în general de același tip cu cele descrise la filarea fibrelor poliamidice și poliesterice (v. Cap. VI și VII).

Pentru cazul fibrelor polipropilenice este important de reținut următoarele :

— polimerul trebuie să conțină un stabilizator termic, în care caz se menține masa moleculară în limitele necesare filării ;

— parametrii de filare sînt aleși puțin diferit de cei de la poliamidă, datorită faptului că temperatura de înmuiere este mai scăzută, dar filarea se face la o temperatură ridicată (290°C), datorită viscozității prea mari a topiturii la temperatura de topire ;

— vitezele de filare sînt similare și se folosește același tip de filare ;

— capacitatea de etirare este mare — se ajunge la rapoarte 1 : 12 ;

— polimerul nu are capacitate de colorare și se vopsește în masă cu pigmenți speciali ;

— firele polipropilenice se pot textura.

În țara noastră, datorită lipsei unui polimer propriu, producția de fibre polipropilenice a fost restrînsă. Prin punerea în funcțiune a unei importante capacități de polipropilenă în cadrul industriei petrochimice, s-a prevăzut dezvoltarea fibrelor polipropilenice după 1981 pentru fibre tip lînă și tip bumbac.

Prima instalație de filare fibre polipropilenice în R. S. România a fost pusă în funcțiune la C.F.S. Iași, în anul 1973, pe tehnologie proprie, cu o capacitate de introducere de 1 000 t/an, care a funcționat cu polimer din import și, în anumite perioade în care nu s-au solicitat fibrele de către MIU, pe fibre poliesterice.

Linia de filare și fazele de fabricație se bazează pe concepția liniilor de filare de la fibre poliesterice obținute, cu adaptarea parametrilor la specificul polimerului, după principiile generale ale filajului din topitură.

Scanned with OKEN Scanner

În această perioadă de adaptare a industriei textile cu prelucrarea acestui tip de fibră, cercetările au continuat în direcția obținerii sortimentelor pentru toate utilizările și mai ales pentru obținerea polipropilenei modificate care să confere capacitatea de vopsire prin procedeele obișnuite la celelalte fibre.

Se prevede dezvoltarea producției de fibre și fire polipropilenice, în special pentru industria covoarelor (1984).

Punerea în funcțiune în 1982 a instalației de producere a polipropilenei la Combinatul Petrochimic Teleajen asigură atît materia primă pentru fibre cît și dezvoltarea sortimentelor tehnice, cum sînt : țesăturile filtrante, inserțiile, ambalajele etc.

Scanned with OKEN Scanner

PARTEA A PATRA

Fibre sintetice filate din soluție

Capitolul IX

FIBRE POLIACRILONITRILICE

Poliacrilonitrilul este un polimer carbocatenar corespunzător monomerului numit *acrilonitril* și face parte din clasa polimerilor vinilici. Se numește *carbocatenar*, pentru că macromoleculele sînt formate dintr-un lanț de atomi de carbon. Polimerii carbocatenari, în general, se descompun înainte de a se topi, motiv pentru care este necesară trecerea în soluție, pentru a se putea fila (excepție fac polietilena, polipropilena etc., care se filează din topitură).

Se consideră *fibre poliacrilonitrilice* (fibre acrilice), fibrele provenite din copolimeri ai acrilonitrilului, în care conținutul de acrilonitril ca monomer de bază este minimum 85%.

Fibrele rezultate din copolimeri ai acrilonitrilului cu conținut mai mic de acrilonitril, între 35 și 85%, se numesc *fibre modacrilice* și au proprietăți speciale.

Poliacrilonitrilul a fost cunoscut încă din anul 1927, însă datorită unor dificultăți esențiale pentru aplicare industrială, dezvoltarea acestor fibre a fost limitată.

Cele mai importante probleme care au cerut rezolvarea, pentru a permite fabricarea fibrelor acrilice în bune condiții, au fost :

— descoperirea dizolvanților de filare accesibili ;

— obținerea de polimeri cu filabilitate bună și capacitate tinctorială satisfăcătoare.

Odată cu găsirea de soluții tehnice care să asigure trecerea peste aceste dificultăți, fibrele acrilice s-au dezvoltate foarte mult, ajungîndu-se în anul 1963 la o producție mondială de 300 000 t/an.

Scanned with OKEN Scanner

În prezent există și sînt cunoscute o mare diversitate de fibre acrilice care au proprietatea comună, deosebit de importantă, de a înlocui cu succes lîna, în diferite pruduse textile și în special în domeniul tricotajelor.

În funcție de compoziția copolimerului, de natura dizolvantului și de procesul de filare adaptat există o gamă largă de fibre acrilice, din care în mare parte sînt aplicate industrial, numărul lor crescînd continuu.

La alegerea tehnologiei, în afara factorilor menționați și a caracteristicilor de calitate a fibrei, se mai iau în considerare și aspectele economice.

Dintr-un număr de 30 dizolvanți cunoscuți din literatura de specialitate au fost aplicați industrial, din considerente tehnologice și economice, circa șase dizolvanți.

Cele mai cunoscute denumiri comerciale pentru fibrele poliacrilonitrilice sînt : Fibrele Orlon (produse în S.U.A. din anul 1950), Dralon și Dolan (R.F. Germania), Courtelle, (Anglia), Nitron (U.R.S.S.), Caşmilon, Belson, Toraylon (Japonia), Acribel (Belgia), Leacril și Velicren (Italia), Tacryl (Suedia), Bulana (R.P.B.) etc.

În țara noastră, fibra poliacrilonitrilică poartă denumirea comercială Melana și este o fibră originală, atît prin compoziția sa, cît și prin dizolvantul de filare.

Caracteristicile fizico-mecanice și comportarea tuturor acestor fibre în prelucrarea textilă este asemănătoare, indiferent de procesul prin care au fost obținute.

După anul 1960 fibrele acrilice s-au dezvoltat în continuare pe piața mondială într-un ritm ascendent, datorită faptului că s-au extins domeniile de utilizare în afara tricotajelor ca : industria de covoare, pături, stofe de mobilă și articole decorative, în stofe pure sau în amestecuri cu alte fibre sintetice și naturale, țesături tip bumbac și articole tehnice.

A. MATERII PRIME ȘI AUXILIARE PENTRU FABRICAREA FIBREI MELANĂ

Materiile prime și auxiliare cele mai importante pentru obținerea fibrei acrilice Melana se pot împărți în două grupe, după fazele principale.

Scanned with OKEN Scanner

Controlul caracteristicilor de calitate ale materiilor prime și auxiliare este deosebit de sever, întrucît majoritatea secțiilor prezintă pericol de explozie și toxicitate. Analizele de recepție pentru verificarea condițiilor de calitate se execută de laboratorul de materii prime.

Cunoașterea limitei admisibile pentru impurități și verificarea permanentă a tuturor produselor care intră în instalație presupune însușirea tuturor cunoștințelor privind proprietățile fizico-chimice ale acestora.

1. MATERII PRIME ȘI AUXILIARE PENTRU OBȚINEREA POLIMERULUI

Acrilonitrilul, $CH_2=\underset{\displaystyle CN}{\underset{|}{CH}}$, este utilizat ca monomer în fabricarea fibrelor acrilice. El trebuie să îndeplinească condiții severe de calitate, întrucît numeroasele impurități rezultate din procesul de sinteză, care pot însoți produsul finit, influențează operația de polimerizare, producînd variații în omogenitatea polimerului și a randamentelor.

Condițiile tehnice de verificare a calității vor fi diferite, în funcție de procedeul de fabricare folosit pentru sinteza acrilonitrilului.

Acrilonitrilul este un lichid cu miros caracteristic, ușor volatil, toxc și inflamabil.

În cazul staționării îndelungate în rezervoare, pentru a se împiedica polimerizarea în masă, se obișnuiește introducerea de inhibitori ca : hidrochinonă, albastru de metilen, amoniac și săruri de amoniu, în concentrații cuprinse între 30 și 100 p.p.m.

Înainte de utilizarea acrilonitrilului la polimerizare, este necesară îndepărtarea totală a inhibitorilor prin operația de distilare.

În tabelul 38 sînt prezentate caracteristicile acrilonitrilului obținut prin procedeul Newland — inițial aplicat în R. S. România.

Acetatul de vinil $CH_3—COOCH=CH_2$ se obține prin reacția catalitică între acetilenă și acid acetic și este produs la Combinatul chimic Craiova.

Acetatul de vinil este utilizat drept comonomer în polimerizarea acrilonitrilului și trebuie să îndeplinească condiții mai severe

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 38

Condiții tehnice pentru acrilonitril

Caracteristici	Valori practice
Concentrație, % greut., min.	99,5
Acetonă, p.p.m. max.	200
Acetonitril, p.p.m., greut. max.	300
Aciditate (ca acid acetic), p.p.m. max.	30
Aldehide (ca acetaldehidă), p.p.m. max.	50
Acid cianhidric, p.p.m. max.	7
Peroxizi, p.p.m. max.	0,2
Apă, % greut., max.	0,45
Inhibitor (metilhidrochinonă), p.p.m.	20—45
Cupru, p.p.m. max.	0,1
Fier, p.p.m. max.	0,1
Acroleină, p.pm. max.	10
Metilvinilcetonă, p.p.m.	urme
Substante nevolatile, p.p.m. max.	100
Interval de distilare la 760 mm Hg, °C	74,5—78,5
Greutate specifică la 25°C, g/cm^3	0,7990—0,8020
Stabilitatea în bomba cu oxigen, ore, min.	4
Indice de refracție, $n\ {}^{I}_{D}\ 25$	1,3882—1,3892
Culoare APHA, max.	5
*p*H-ul soluției apoase de 5%	6—7,5

de calitate, decît în cazul folosirii sale ca monomer pentru poliacetatul de vinil. Este un lichid limpede incolor, ușor volatil, cu miros specific.

Caracteristicile acetatului de vinil sînt date în tabelul 39.

În procesul de fabricare a acetatului de vinil se obișnuiește introducerea de stabilizator pentru inhibarea autopolimerizării în timpul transportului și depozitării, folosindu-se în acest scop hidrochinonă și difenil-amină.

Pentru cazul nostru este total contraindicat introducerea acetatului de vinil stabilizat, întrucît poate deregla procesul de polimerizare. S-au înregistrat cazuri cînd a fost necesară oprirea întregului proces datorită prezenței difenilaminei sau hidrochinonei în acetat de vinil, care acționează în același sens și asupra acrilonitrilului.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 39

Condiţii tehnice pentru acetatul de vinil

Caracteristici	Valori ideale după N.I.	Valori practice	
Greutatea specifică, la 20°C, gf/cm^3	0,9300—0,9345	0,933	0,931
Mirosul	Specific iritant	Specific iritant	Specific iritant
Domeniul de distilare pentru 95%	70—71,5°C/ 710 mm Hg	71°C/730 mm Hg	72°C/740 mm Hg
Conţinutul de apă, %	max. 0,1	0,044	0,05
Aciditatea, %	max. 0,02	0,02	0,02
Conţinutul de aldehidă acetică, %	max. 0,05	0,05	0,05
Reziduu la evaporare, %	max. 0,05	lipsă	0,03

Este necesar ca produsul să fie purificat prin distilare preliminară operaţiei de polimerizare. Acetatul de vinil se păstrează în recipiente de material plastic sau de material inoxidabil.

α-Metil-stirenul $C_6H_5—\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle |}{C}}=CH_2$ este utilizat drept al doilea comonomer în obţinerea polimerului ternar al acrilonitrilului. Este o hidrocarbură incoloră, lichidă, inflamabilă, nemiscibilă cu apa.

Fiind dizolvant al diferitelor produse organice este necesar să se verifice vasele de depozitare şi de transport, pentru a nu se impurifica.

α-Metil-stirenul este obţinut ca produs intermediar la fabricarea fenolului din izopropil-benzen la Combinatul chimic Borzeşti.

În tabelul 40 se dau proprietăţile produsului pur şi condiţiile tehnice de calitate pentru a fi utilizabil în procesul de polimerizare.

Se depozitează la întuneric sub azot, pentru evitarea creşterii impurităţilor în timp.

Persulfatul de potasiu, $K_2S_2O_8$, şi *metabisulfitul de sodiu,* $Na_2S_2O_5$, sînt săruri folosite sub formă de soluţii apoase ca iniţiator şi activator în procesul de polimerizare a acrilonitrilului în suspensie. Este important, în general, să fie controlate impurităţile sărurilor metalice (fier, cupru, plumb), care acţionează ca promotori şi pot influenţa vitezele de reacţie. Se poate utiliza şi persulfat de amoniu.

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 40

Caracteristicile α-metil-stirenului

Caracteristici	Pentru produsul pur	Condiţiile tehnice pentru recepţie	Exemple de analize de recepţie	
			1	2
Aspectul	Lichid limpede uleios	Lichid limpede fără suspensie, incolor	Lichid limpede uleios	Lichid limpede uleios
Mirosul	Specific intens	Specific intens	Specific	Specific
Punctul de fierbere	165,38°C/ 760 mm Hg	min. 163°C/ 763 mm Hg	164°C/ 734 mm Hg	163°C/ 763 mm Hg
Punctul de congelare, °C	—23,21	—23	Nu s-a determinat	Nu s-a determinat
Indicele de refracţie la 20°C	1,5386	1,5380—1,5388	1,5383	1,5385
Punctul de inflamabilitate în vas închis, °C	58	min 50	50	51
Punctul de inflamabilitate în vas deschis, °C	58	min 50	50	51
Greutatea specifică la 20°C, gf/cm^3	0,9106	0,9100±0,002	0,907	0,907
Conţinutul de apă, %	max. 0,1	max. 0,1	0,085	0,068
Reziduu la evaporare, % min.	—	max. 0,1	0,028	0,01
Concentraţia, % min.	99,9	98,5	98,5	98,7

2. MATERII PRIME ŞI AUXILIARE PENTRU OBŢINEREA SOLUŢIEI DE FILARE

Poliacrilonitrilul $\left(\begin{matrix} -CH_2-CH- \\ | \\ CH \end{matrix} \right)_n$ este polimerul destinat ca materie primă principală pentru obţinerea soluţiei de filare a fibrelor. Se prezintă sub forma unei pulberi de culoare albă. Polimerul este solubil în toţi dizolvanţii specifici poliacrilonitrilului.

Întrucît este inflamabil, se manipulează cu deosebită atenţie. Pentru caracterizarea polimerului din punct de vedere calitativ există mai multe criterii, care trebuie luate în considerare, unele aplicîndu-se în controlul curent al fabricaţiei şi altele numai pentru stabilirea aspectelor teoretice şi anomaliilor de fabricaţie.

Scanned with OKEN Scanner

Cea mai frecventă caracteristică care se controlează la intervale de o oră este *viscozitatea,* care măsoară masa moleculară medie a polimerului şi care se păstrează cu stricteţe în limitele stabilite pentru fiecare tehnologie. Viscozitatea este determinată prin viscozitate relativă în dimetil-formamidă la o concentraţie de 3 g/l polimer, cu ajutorul viscozimetrului Ostwald, în baie termostatată.

Se lucrează, de obicei, la o viscozitate absolută de 1,6—1,7, corespunzător unei mase moleculare de 50 000—60 000. Valorile viscozităţii relative se transformă în viscozitate absolută prin calcul sau după tabele calculate în prealabil.

Masele moleculare mai mici produc dificultăţi la coagulare, în schimb au viteză de dizolvare mai mare, în timp ce viscozităţile mari prezintă viteze mai mici de dizolvare, coagulare mai rapidă şi suportă rapoarte de etirare mai mari. Valorile optime pentru limitele viscozităţii de lucru se stabilesc în funcţie de instalaţie şi de procesul tehnologic. Păstrarea constantă a masei moleculare şi a celorlalte caracteristici ale polimerului este obligatorie şi asigură continuitatea producţiei şi omogenitatea caracteristicilor fizico-mecanice ale fibrei.

Un alt factor care are importanţă pentru comportarea polimerului pe fazele de fabricaţie este *polidispersia,* întrucît repartiţia diferită a maselor moleculare a fracţiunilor componente dereglează procesul de coagulare şi de etirare al fibrelor, chiar dacă masa moleculară medie este constantă.

În asemenea cazuri se impune modificarea raţională a parametrilor de fabricaţie, pentru asigurarea continuităţii procesului tehnologic şi a calităţii.

Foarte important pentru calitatea polimerului este umiditatea acestuia, atît ca valoare cît şi ca uniformitate. Limita maximă admisă este 1%.

Porţiunile care conţin cantităţi mai mari de apă provenite din uscarea incompletă se aglomerează la alimentarea continu în procesul de dizolvare, produc geluri în soluţia de filare şi pelicule care se redizolvă foarte greu.

Din cauza uscării incomplete a polimerului pot avea loc dereglări mari în instalaţie, pînă la oprirea procesului. Alte caracteristici care se controlează la intervale mai mari, după necesităţi şi în funcţie de posibilităţile de dotare, sînt : polidispersia, viteza de dizolvare, curba de dizolvare, termostabilitatea, compoziţia polimerului (pentru stabilirea conţinutului real de comonomeri din polimer), conţinutul de grupe SO_3H şi cifra de aciditate totală a polimerului (care dă indicaţii asupra capacităţii tinctoriale), gradul de

Scanned with OKEN Scanner

saturare la coloranţi, granulaţia, conţinut de fracţiuni insolubile şi altele.

Toate aceste caracteristici, menţinute la valori optime, asigură calitatea fibrei şi valoarea ei de utilizare.

Carbonatul de etilenă, $CO_3(CH_2)_2$, este dizolvantul folosit la filarea poliacrilonitrilului pentru fibra Melan. Este o substanţă cristalizată la temperatură obişnuită, cu punct de topire 36°C, solubilă în apă şi în dizolvanţi organici. În mediu apos hidrolizează parţial, în timp, la temperaturi peste 60°C trecînd treptat în etilenglicol în detrimentul concentraţiei.

Hidroliza carbonatului este rapidă şi cantitativă în mediu alcalin şi mai redusă în mediu acid. Este antrenabil cu vapori de apă şi se descompune termic începînd de la 130°C în etilen-oxid şi bioxid de carbon. Pentru calitatea fibrei este foarte important să se obţină un produs cu un conţinut cît mai mic de impurităţi, pe cît posibil cu o puritate avansată. Aceste impurităţi sînt dăunătoare calităţii fibrei, prezintă acţiune corosivă asupra instalaţiilor şi măresc instabilitatea carbonatului de etilenă pe fazele de fabricaţie.

În mod curent, carbonatul de etilenă rezultat de la sinteză se mai purifică încă o dată într-o instalaţie de distilare, pentru îndepărtarea totală a impurităţilor.

În cazul în care produsul de la sinteză este suficient de pur se poate utiliza direct la prepararea soluţiilor de filare.

Calitatea carbonatului de etilenă şi comportarea acestuia în fabricaţie a reprezentat o problemă de bază pentru obţinerea fibrelor.

Prin introducerea şi extinderea unui procedeu de sinteză directă care conduce la un produs pur, a fost posibilă reducerea consumului specific de solvent şi a costurilor.

B. ACRILONITRILUL

Acrilonitrilul şi-a găsit utilizare industrială începînd din anul 1930, la fabricarea copolimerilor pe bază de butadienă în cauciucuri superioare şi ulterior, după al doilea război mondial, a devenit materia primă principală pentru obţinerea de fibre sintetice şi materiale plastice.

Pentru fabricarea acrilonitrilului sînt cunoscute, în ordinea dezvoltării lor, următoarele procedee :

— din oxid de etilenă şi acid cianhidric ;
— din acetaldehidă şi acid cianhidric ;

Scanned with OKEN Scanner

— din acetilenă și acid cianhidric ;

— din propilenă și amoniac.

Dintre aceste procedee ultimele două sînt mai interesante din punct de vedere practic.

Procedeul din propilenă și amoniac a fost pus la punct în ultimii ani în cîteva țări (S.U.A., Anglia, Franța) și este aplicat în mai multe variante, dintre care cel mai răspîndit și cu perspectivă este astăzi procedeul SOHIO întrucît se produce acrilonitril într-o singură fază, pe catalizator de fosfomolibdat, fosfovanadat sau fosfowolframat de bismut :

$$\underset{\text{Propilenă}}{CH_2{=}CH{-}CH_3} + \underset{\text{Amoniac}}{NH_3} + 3/2O_2 \rightarrow \underset{\text{Acrilonitril}}{CH_2{=}CHCN} + \underset{\text{Apă}}{3H_2O}$$

Se lucrează cu o concentrație în propilenă de minimum 30%, cînd se pot obține rezultate satifăcătoare, aplicîndu-se uneori concentrarea preliminară a propilenei.

Valoarea investițiilor pentru un asemenea procedeu este cu 50% mai mică decît la procedeele obișnuite și conduce la un acrilonitril mai pur, cu un cost mai mic.

1. FABRICAREA ACRILONITRILULUI DIN ACETILENĂ ȘI ACID CLORHIDRIC

Acest procedeu, foarte răspîndit pînă la nivelul anului 1959—1960, se poate aplica în mai multe variante tehnologice :

— *Reacția între acetilenă și acid cianhidric în fază gazoasă* utilizînd catalizatori solizi în strat fix sau fluidizat. Catalizatorii cunoscuți pentru acest procedeu sînt : hidroxizii alcalini, carbonații, oxidul de fier, pe suport inert sau pe cărbune de lemn. Se lucrează, în general, la presiuni de 1—3 at și temperatură înaltă (400—700°C). Procedeul nu s-a dezvoltat din cauza dificultăților pe care le prezintă în practica de lucru.

— *Sinteza acrilonitrilului din acetilenă și acid cianhidric în fază lichidă* a fost cel mai larg răspîndită industrial, datorită unor avantaje tehnologice, și se poate aplica în mai multe moduri. În acest caz, catalizatorul este o soluție de clorură cuproasă de diferite compoziții, care poate acționa în reactor static sau dinamic, reactorul dinamic avînd soluția de catalizator în mișcare cu o viteză convenabilă. Acest procedeu a fost treptat abandonat.

În cazul obținerii acetilenei printr-un procedeu mai economic, această tehnologie poate fi reactualizată datorită sursei de materie

primă. Acum este oportun să fie cunoscut și acest procedeu. Soluția de clorură cuproasă poate fi preparată în mediu apos sau organic.

La obținerea acrilonitrilului din acetilenă și acid cianhidric se deosebesc trei faze principale :

— sinteza și purificarea acetilenei ;
— sinteza acidului cianhidric ;
— sinteza și purificarea acrilonitrilului.

Corelarea funcționării acestor trei secții, care sînt în strînsă dependență, determină bunul mers al întregului sector.

Principiul acestei tehnologii se bazează pe adiția acidului cianhidric la acetilenă în prezența unui catalizator de clorură cuproasă în soluție, numit catalizator tip Newland. Reacția principală, reprezentată în forma cea mai simplă, este :

$$CH \equiv CH + HCN \rightarrow H_2C = CH - CN$$

și are loc prin intermediul soluției de catalizator la o temperatură de 85—90°C la un raport molar acetilenă : acid cianhidric de 10 : 1 și la o presiune mai înaltă, 1,7—1,8 at, care trebuie menținută sub presiunea de explozie a acetilenei (2 at).

În această reacție o deosebită importanță are compoziția catalizatorului și mai ales păstrarea constantă în timpul funcționării.

Soluția de catalizator conține 40% clorură cuproasă, 15% clorură de potasiu, 10% clorură de sodiu, 1% acid cianhidric și 34% apă. Clorura cuproasă este insolubilă în apă, în schimb se dizolvă în diferite substanțe organice și în soluții concentrate de săruri alcaline și acid clorhidric cu formare de complecși. Activitatea catalizatorului este cu atît mai bună cu cît este mai mare concentrația în clorură cuproasă din soluție.

Unele fabricații folosesc clorura de amoniu pentru dizolvarea clorurii cuproase și au avantajul unor randamente mai mari la sinteza acrilonitrilului, în schimb se îmbogățește foarte repede în produse secundare polimerizabile, care formează gudroane și rășini, pînă la 25%, fiind necesară schimbarea șarjei de catalizator la interval de 10 zile. Acest procedeu este folosit pentru reactoare statice, unde se alimentează șarje de catalizator în mod discontinuu.

În cazul procedeului inițial folosit în țara noastră se utilizează catalizator mobil, în circulație continuă, clorura cuproasă fiind adusă în soluție prin adaos de săruri de potasiu și de sodiu.

La temperatura de lucru, soluția de catalizator trebuie să aibă o fluiditate satisfăcătoare și un punct de cristalizare de 40—50°C, care să asigure păstrarea clorurii cuproase în soluție fără depuneri,

Scanned with OKEN Scanner

în cazul variațiilor de temperatură. Culoarea catalizatorului proaspăt este brună, transparentă, care după folosire devine opacă. Clorura cuproasă este foarte sensibilă la oxidare, transformîndu-se în clorură cuprică, ceea ce micșorează activitatea, respectiv randamentul de formare a acrilonitrilului. Pentru reducerea clorurii cuprice formate, la clorură cuproasă, se adaugă cupru metalic sub diferite forme.

Substanțele organice, din care unele polimerizabile formate în urma reacțiilor secundare, reduc activitatea catalizatorului în cazul în care depășesc procentul de 5% (rășini). De aceea se recomandă împrospătarea continuă a catalizatorului.

În paralel cu reacția principală de sinteză a acrilonitrilului este posibilă formarea unor compuși secundari (monovinil-acetilenă, divinil-acetilenă, cloropren, cianopren, acetaldehidă, lactontril, metilvinilcetonă etc., în funcție de condițiile din mediul de reacție), care trebuie îndepărtați pentru obținerea unui monomer de puritate corespunzătoare.

Instalația de sinteză și de purificare a acrilonitrilului este reprezentată în fig. 61.

Reactorul de sinteză este prevăzut cu trei tronsoane cu umplutură de inele ceramice, în care circulă continuu soluția de catalizator, aspirată din rezervorul de la bază și redistribuită de sus în jos, pe cele trei tronsoane.

În conducta de refulare a soluției de catalizator este introdus acidul cianhidric. Aceasta formează un complex cu clorura cuproasă din soluția de catalizator, care întîlnește acetilena insuflată la partea inferioară a reactorului, în contracurent cu soluția de catalizator.

După formarea unui alt complex cupru-acetilenă, ca urmare a reacției dintre cei doi complecși, se formează acrilonitril în proporție de 8—13% și o serie de produse secundare arătate mai înainte.

Inițial are loc un proces de absorbție a reactanților (acetilenă și acid cianhidric), prin intermediul clorurii cuproase, și apoi separarea prin desorbție a produselor rezultate (acrilonitril și produse secundare).

În continuare, gazele rezultate din sinteză, conținînd acrilonitril, produse secundare, exces de acetilenă și acid cianhidric sînt trecute în coloana de absorbție preliminară, unde gazele sînt stropite cu soluție diluată de acrilonitril de la absorbția finală. La absorbția finală, gazele sînt spălate cu apă proaspătă, rezultînd o soluție apoasă de acrilonitril, cu o concentrație de 2—3%. Din coloana de absorbție finală, soluția de acrilonitril în apă este tre-

Scanned with OKEN Scanner

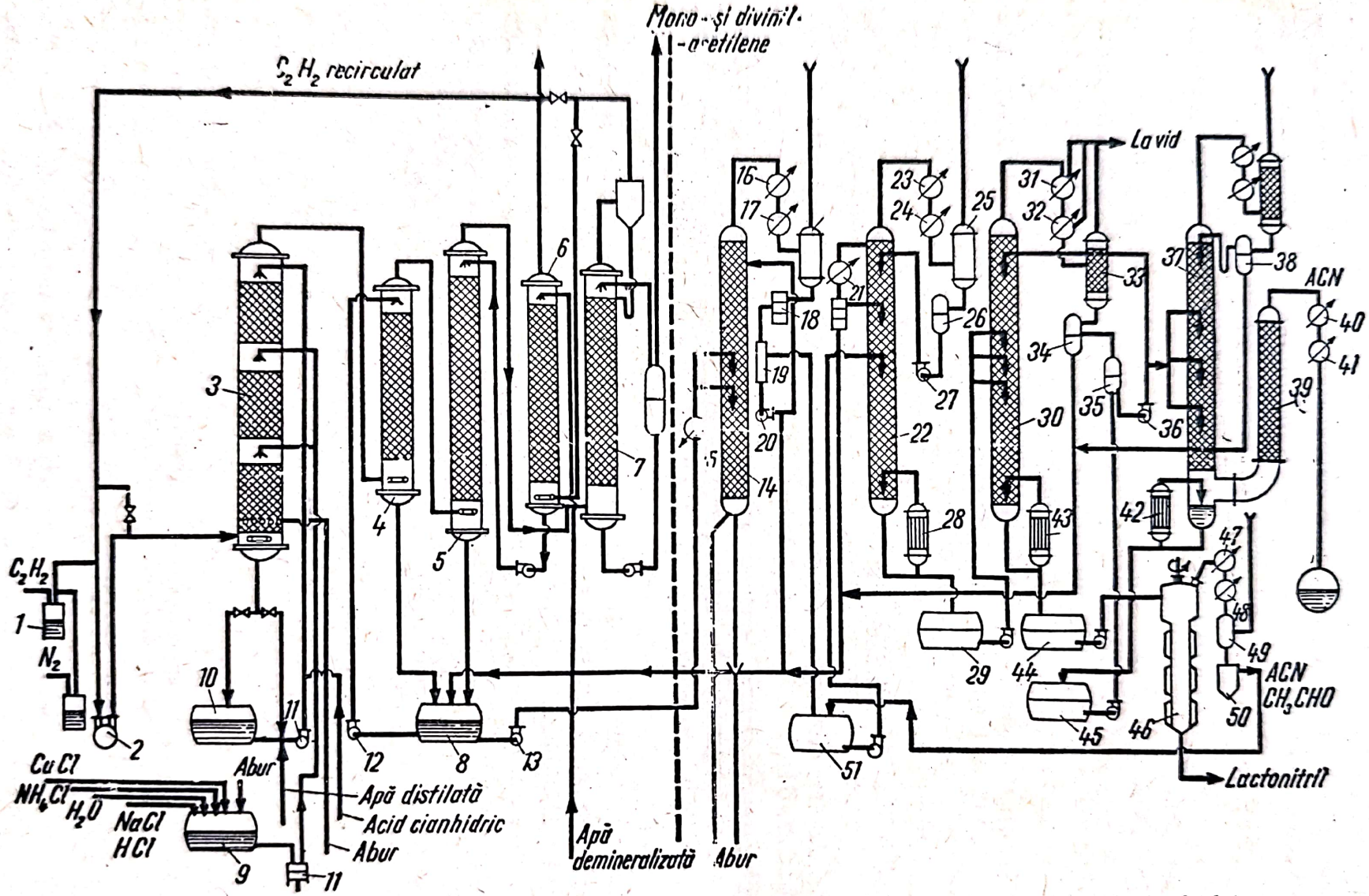


Fig. 61. Schema tehnologică de sinteză a acrilonitritului din acetilenă și acid cianhidric:

1 — vas de închidere hidraulică; 2 — suflantă; 3 — reactor de cianurare; 4, 5, 6, 7, 22, 30, 37, 39 — coloane de distilare; 8 — rezervor; 9 — vas pentru prepararea catalizatorului; 10, 29, 44, 45, 51 — rezervoare; 11, 12, 13, 20, 27, 36 — pompe; 14 — coloană de antrenare; 15, 16, 17, 21, 23, 24, 25, 31, 32, 40, 41, 42, 43, 47, 48 — schimbătoare de căldură; 18, 26, 34, 35, 38, 49, 50 — separatoare; 19 — vas intermediar; 28, 33 — condensator; 46 — evaporator peliculat.

cută într-un rezervor special, iar gazele separate de acrilonitril sînt recirculate, prin intermediul compresorului, în circuit aducîndu-se și acetilenă proaspătă pentru completarea cantităților consumate în reacție.

Întrucît prin această circulație la temperatură se pierde prin antrenare cu vapori o mare parte din apa inițială din catalizator, este obligatoriu să se introducă în mod constant vapori de apă pentru menținerea compoziției catalizatorului.

Pierderile de apă, față de concentrația inițială, duc la depunerea clorurii cuproase prin insolubilizare, iar un exces de apă are același efect datorită diluării soluției de catalizator.

Din această cauză se impune verificarea conținutului de apă din catalizator la intervale scurte, prin analiză de laborator, completarea apei fiind un parametru de bază în menținerea fabricației. Același lucru este valabil și pentru menținerea conținutului de acid clorhidric.

În fazele următoare se execută separarea acrilonitrilului și purificarea acestuia pentru obținerea unui produs pur.

Separarea acrilonitrilului (ACN) din soluția apoasă se realizează prin antrenare cu vapori de apă într-o coloană de antrenare, prin introducerea de abur la bază. Rezultă un azeotrop acrilonitril-apă care conține 87% ACN și 13% apă și care se condensează prin intermediul unui răcitor și se colectează într-un vas de separare intermediar. În vasul de separare se obțin două straturi diferite, datorită insolubilității acrilonitrilului în apă, și anume : o fază organică conținînd acrilonitril cu 3% apă și o fază apoasă conținînd 7% acrilonitril în apă.

Faza concentrată în acrilonitril este colectată continuu într-un rezervor intermediar, iar faza apoasă, pentru eliminarea pierderilor, este readusă în rezervorul care conține soluția de 2—3% acrilonitril în apă, de la sinteză.

Operația de antrenare are scopul de a separa acrilonitrilul de apă și de o parte din produsele secundare, care nu sînt antrenabile, avînd punct de fierbere înalt. Aceste produse se evacuează în mod continuu pe la baza coloanei, sub formă de ape impure.

Înainte de a fi evacuate la canal, apele impure sînt supuse la un tratament chimic pentru distrugerea acidului cianhidric și a altor impurități, care nu sînt permise în apele naturale întrucît prezintă pericol de infectare. Această operație este realizată într-o instalație specială numită *stația de denocivizare a apelor reziduale.*

Acrilonitrilul brut obținut de la coloana de antrenare mai conține o serie de produse secundare și, pentru a se ajunge la puri-

Scanned with OKEN Scanner

tatea dorită, trece în faza de distilare în mai multe trepte. În prima coloană de rectificare se îndepărtează produsele ușoare și apa. Vaporii din coloana de rectificare sînt condensați pentru recuperarea acrilonitrilului antrenat.

Aceasta se separă de apă într-un separator și se reintroduce la partea superioară a coloanei de rectificare care funcționează și ca o coloană de degazare, îndepărtîndu-se produsele ușoare volatile, acidul cianhidric, acetaldehida etc. Pentru acest motiv coloana se mai numește *coloană de deshidratare-degazare.*

Produsul de bază a acestei coloane este acrilonitrilul din care s-a îndepărtat o parte din produsele secundare și apa, reprezentînd prima treaptă a distilării.

În a doua coloană de rectificare se îndepărtează prin distilarea acrilonitrilul, iar ca produs de bază rămîn componente cu punct de fierbere înalt.

Rectificarea are loc sub vid de 140 mm Hg. În final, acrilonitrilul obținut este rectificat în ultima coloană, obținîndu-se un produs de puritate avansată.

Dacă se conduce sinteza în condiții care să nu ducă la formarea de produse secundare în cantități mari, se pot elimina o serie de operații de rectificare finală.

2. FABRICAREA ACRILONITRILULUI DIN PROPILENĂ ȘI AMONIAC

(Procedeul SOHIO aplicat la Combinatul Petrochimic Pitești),

Pentru producerea acrilonitrilului din propilenă și amoniac sînt cunoscute în prezent mai multe procedee, care diferă între ele, în special prin catalizatorul folosit.

În toate cazurile stau la bază următoarele reacții :

În faza I-îi are loc oxidarea propilenei la acroleină, iar în faza II-a, ca urmare a reacției între acroleină, amoniac și aer în prezența de oxizi metalici catalizatori, se formează acrilonitrilul :

$$H_3C-CH=CH_2+O_2 \xrightarrow{(Aer)} H_2C=CH-CHO+H_2O$$

$$H_2C=CH-CHO+NH_3 \xrightarrow{(Aer)} H_2C=CH-CN+H_2O$$

Reacția are loc pe catalizator MoO_3 depus pe suport Al_2O_3, la temperatură de 380—450°C.

Ca produse secundare, în această sinteză, se formează bioxid de carbon, acid clorhidric și acetonitril secundare.

Scanned with OKEN Scanner

Formarea acrilonitrilului pentru cazul unui catalizator activ este de 90%. Produsul brut conţine acroleină, ceea ce creează dificultăţi la purificare.

Catalizatorul are o influenţă importantă asupra conversiei fiecărui component.

Mai sînt cunoscute sisteme catalitice : Bi_2O_3 : NoO_3 WO_3 : Bi_2O_3.

Conversia totală a propilenei nu depinde de raportul molar amoniac : propilenă ; conversia la acrilonitril creşte cu acest raport.

În ceea ce priveşte raportul molar oxigen : propilenă peste valoarea 1,5 conversia acrilonitrilului nu este influenţată, de aceea se poate utiliza propilenă diluată pînă la 30% cu propan.

Descrierea procesului tehnologic. Aerul saturat cu apă şi cu amestecul propilenă : amoniac, preîncălzit, este introdus în reactor la 460°C şi 2 at ; timpul de contact este de cîteva secunde. Căldura de reacţie este recuperată sub formă de abur de 15 at.

Gazele de reacţie care conţin acrilonitril, acid cianhidric, acetonitril, acizi organici, bioxid de carbon, apă se răcesc şi se spală cu acid sulfuric care se recuperează ca sulfat de amoniu, apoi se spală cu apă pentru reţinerea acrilonitrilului la 15°C, restul componenţilor şi excesul de propilenă fiind eliminaţi.

Soluţia apoasă de acrilonitril este desorbită la cald, rezultînd un condensat care se separă în două faze.

Din faza organică care conţine acrilonitrilul se îndepărtează aldehidele prin reacţie cu acidul cianhidric. O parte din acidul cianhidric se transformă în soluţii de cianură pentru diferite utilizări.

Faza organică conţinînd acrilonitrilul se separă de ceilalţi componenţi şi se rectifică. În acest mod, dintr-un kilogram de propilenă se poate obţine 0,8—1 kg acrilonitril.

Acest procedeu s-a răspîndit în ultimii ani, în primul rînd pentru economicitate, întrucît are un cost cu 40% mai redus faţă de procedeul clasic şi în al doilea rînd pentru puritate, întrucît unele impurităţi specifice sintezei din acetilenă nu există în acest caz.

Valoarea investiţiei este de asemenea mult redusă.

În prezent, în toată lumea se extinde procedeul SOHIO, cu oprirea sau reprofilarea instalaţiilor vechi.

La Săvineşti s-a realizat reprofilarea instalaţiei de sinteză a acrilonitrilului pe bază de acetilenă, pentru alte produse.

Pentru sinteza fibrelor acrilice se va folosi numai acrilonitrilul obţinut prin procedeul SOHIO, asigurîndu-se astfel un preţ convenabil şi competitiv pentru fibre.

Scanned with OKEN Scanner

C. POLIMERIZAREA ACRILONITRILULUI ŞI MODERNIZĂRI ÎN FABRICARE

1. POLIMERIZAREA ACRONITRILULUI

Polimerizarea acrilonitrilului are loc prin adiţia succesivă de unităţi monomere, rezultînd molecule mari, liniare :

$$n CH_2{=}CH \rightarrow (-CH_2-\underset{\displaystyle CN}{\underset{|}{CH}}-)_n$$

Pentru fibrele cunoscute, gradul de polimerizare variază între 600 şi 2 000, corespunzător unor mase moleculare de 32 000—110 000.

Fibrele din poliacrilonitril 100% nu se utilizează decît rareori industrial, întrucît datorită unei structuri compacte prezintă deficienţe care îngreuiază tehnologia, ca : viteză redusă de dizolvare, de coagulare, spălare şi de uscare, şi în final capacitate de contracţie şi de vopsire reduse.

Pentru rezolvarea acestor deficienţe s-au aplicat diferite procedee de modificare atît asupra fibrei, cît şi asupra polimerului, din care cel mai eficace şi mai răspîndit este copolimerizarea.

Introducerea într-o proporţie convenabilă în polimer a unui al doilea component polimerizabil cu acrilonitrilul modifică structura lanţului macromolecular, favorizînd pătrunderea coloranţilor şi reduce greutăţile în fabricare.

În funcţie de natura componentului folosit sînt posibile numeroase combinaţii aplicabile pentru obţinerea polimerilor filabili pe bază de acrilonitril.

Natura şi conţinutul de comonomer din fibră determină proprietăţile fizice şi chimice ale fibrei. Monomerii pentru fibre sintetice, capabili să copolimerizeze cu acrilonitrilul, se împart în două categorii : comonomeri de difuziune şi comonomeri de vopsire.

Pentru a se obţine o fibră de calitate corespunzătoare, în general, este indicat să existe în polimeri ambele tipuri de comonomeri.

Cei mai folosiţi comonomeri de difuziune pe scară industrială sînt : metacrilatul de metil ,acetatul de vinil, acrilatul de metil etc., iar comonomeri de vopsire : acidul acrilic, acidul itaconic, acidul vinil-benzen-sulfonic, acrilamida, vinil-piridina, metalilul sulfonat etc.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru obținerea poliacrilonitrilului se pot aplica următoarele procedee :

— polimerizarea în suspensie, folosind ca mediu dispersant apa ;

— polimerizarea în emulsie ;

— polimerizarea direct în dizolvant de filare.

Polimerizarea în dizolvantul de filare are avantajul de a elimina o serie de faze tehnologice (filtrarea, uscarea și dizolvarea polimerului), prezentînd în același timp avantaje calitative și este în prezent un procedeu în plină extindere. La fel de utilizat este și procedeul de polimerizare în suspensie, care se aplică și la noi în țară.

Reacția de polimerizare sau copolimerizare a acrilonitrilului se poate declanșa numai în prezența unor substanțe de inițiere capabile de a forma radicali liberi, de aceea procesul se numește *polimerizare radicalică.*

Reacția de polimerizare se poate declanșa în prezența diferitelor sisteme de inițiatori chimici. În acest scop se pot folosi inițiatori organici care se adaugă în proporție de 0,2—1,5% față de monomeri și sînt foarte indicați pentru polimerizarea în dizolvantul de filare.

Cei mai cunoscuți inițiatori organici sînt : peroxidul de benzoil, peroxidul de lauroil și azo-bis-izobutironitril (porofor).

În cazul polimerizării în suspensie apoasă se folosesc inițiatori anorganici, care acționează prin reacție de oxido-reducere, de aceea se mai numește *sistem de inițiere Redox.*

Într-un sistem de oxido-reducere acționează două componente : *inițiatorul,* care este o substanță oxidantă, și *activatorul,* care este o substanță reducătoare.

Inițiatorii cei mai folosiți sînt : persulfatul de sodiu, de potasiu sau de amoniu, cloratul de potasiu etc.

Ca substanțe reducătoare, care acționează cu inițiatorul și mărește viteza de polimerizare, sînt cunoscute substanțele organice : hidroxilamina, hidrazina și derivații ei, glucoza, acidul ascorbic etc. și substanțele anorganice din care cele mai folosite sînt : bisulfitul de sodiu, tiosulfatul de sodiu, metabisulfitul de sodiu și pirosulfitul de sodiu.

Polimerizarea și copolimerizarea acrilonitrilului în suspensie pot fi realizate în proces discontinuu sau continuu. Cel mai răspîndit este astăzi procedeul continuu, care duce la un polimer mai omogen.

Scanned with OKEN Scanner

Polimerizarea în proces continuu prezintă următoarele faze principale :

— prepararea soluţiilor de iniţiatori ;
— dozarea componentelor ;
— polimerizarea amestecului de monomeri ;
— recuperarea monomerilor nereacţionaţi ;
— filtrarea polimerului ;
— uscarea polimerului ;
— transportul polimerului în silozuri.

În reactorul de polimerizare, menţinut la temperatură constantă de 65°C, se dozează, cu ajutorul unei pompe speciale pentru mai multe componente prin intermediul unor vase de măsură : acrilonitril, comonomer I, comonomer II, în cazul polimerului ternar, amestec de monomer recuperat, soluţie de iniţiator, persulfat de potasiu (K_1), soluţie de activator, metabisulfit de sodiu (K_2) şi apă demineralizată. Toate componentele sînt dozate simultan la debitele stabilite prin calcul.

Se lucrează sub azot, pentru a se proteja polimerul împotriva oxigenului. Reactorul de polimerizare este prevăzut cu agitator şi manta pentru încălzire sau răcire. Componentele se alimentează la partea inferioară a reactorului.

Parametrii principali ai reacţiei de polimerizare. Reacţia de polimerizare este foarte sensibilă şi necesită exigenţă deosebită în menţinerea parametrilor în vederea obţinerii unui polimer uniform.

Variaţii în caracteristicile polimerului au influenţe esenţiale asupra întregului proces de filare, asupra caracteristicilor fizico-mecanice ale fibrelor, prelucrabilităţii şi colorabilităţii.

Pe parcursul anilor, procesul de polimerizare a fost permanent îmbunătăţit în scopul creşterii uniformităţii şi realizării în mod constant, la o valoare convenabilă, a gradului de saturare la coloranţi.

Parametrii de bază ai procesului de polimerizare sînt :

— concentraţia de monomeri în apă (10—11%) ;
— timpul de polimerizare pentru realizarea unei conversii ridicate (după vechea tehnologie 90 min) ;
— temperatura de reacţie 65—70°C ;
— *p*H mediului de reacţie (*p*H 3 realizat prin adaos de acid sulfuric) ;
— viteza de agitare a masei de reacţie.

Din proporţia agenţilor de iniţiere în corelare cu parametrii de mai sus se reglează masa moleculară a polimerului.

Variaţiile de temperatură faţă de valoarea stabilită nu sînt recomandate, întrucît vitezele de reacţie ale componentelor sînt in-

Scanned with OKEN Scanner

fluențate de temperatură și este posibil să se modifice compoziția polimerului, ceea ce nu poate fi semnalat prin analize obișnuite. Aceste variații sînt foarte periculoase pentru caracteristicile fibrelor.

Menținerea constantă a debitelor tuturor componentelor care intră în reactorul de polimerizare este o condiție esențială pentru păstrarea compoziției polimerului, în caz contrar se ajunge la polimeri inutilizabili.

Pentru asigurarea unui regim optim a reacției de polimerizare s-au introdus mai multe îmbunătățiri procesului industrial care, au avut atît influențe calitative cît și economice.

— S-a introdus o fază prealabilă de amestecare a acrilonitrilului cu comonomerii și monomerul recuperat, pentru ca raportul dintre toți componenții să fie constant. Se debitează în reactor amestecul de monomeri în șarje mari și nu fiecare separat, eliminînd astfel erorile de debitare la perioade scurte.

— Pentru asigurarea *p*H-ului de reacție — ceea ce este foarte important în proces — s-a introdus corectarea automatică continuă, a acidității apei de reacție la valoarea de *p*H 3. Calitatea apei, care intervine într-un volum de 10 ori mai mare decît reactanții, s-a dovedit a fi de mare importanță. Reglarea apei la *p*H de reacție exclude erorile care se pot petrece prin dozare separată, în soluția de inițiator, a acidului sulfuric.

— Temperatura de reacție este, de asemenea, un parametru de bază. Se conduce operația în așa fel încît influența crustelor care se depun pe pereții reactorului să nu influențeze temperatura mediului de reacție. Aceasta se realizează prin recircularea soluției și nu prin încălzirea în manta.

— Turația optimă a agitatorului se alege în funcție de granulația și colorabilitatea polimerului obținut.

În fig. 62 este reprezentată schema de obținere și purificare a poliacrilonitrilului.

În reactorul de polimerizare se formează suspensia de polimer care deversează continuu din partea superioară a coloanei și este trecută în coloana de stripare sub vid, pentru recuperarea monomerilor nereacționați. Această suspensie conține 10% polimer, sub forma unui precipitat alb și circa 20% din cantitatea inițială de monomeri intrată în reactor pe unitatea de timp.

Coloana de stripare are rolul de a recupera monomerii nereacționați, operație denumită *demonomerizare*. Monomerii se antrenează cu abur direct, la 65°C și 170 mm Hg.

Vaporii de monomeri din coloana de stripare sînt condensați și apoi amestecul trece într-un vas de separare, unde se obține un

Scanned with OKEN Scanner

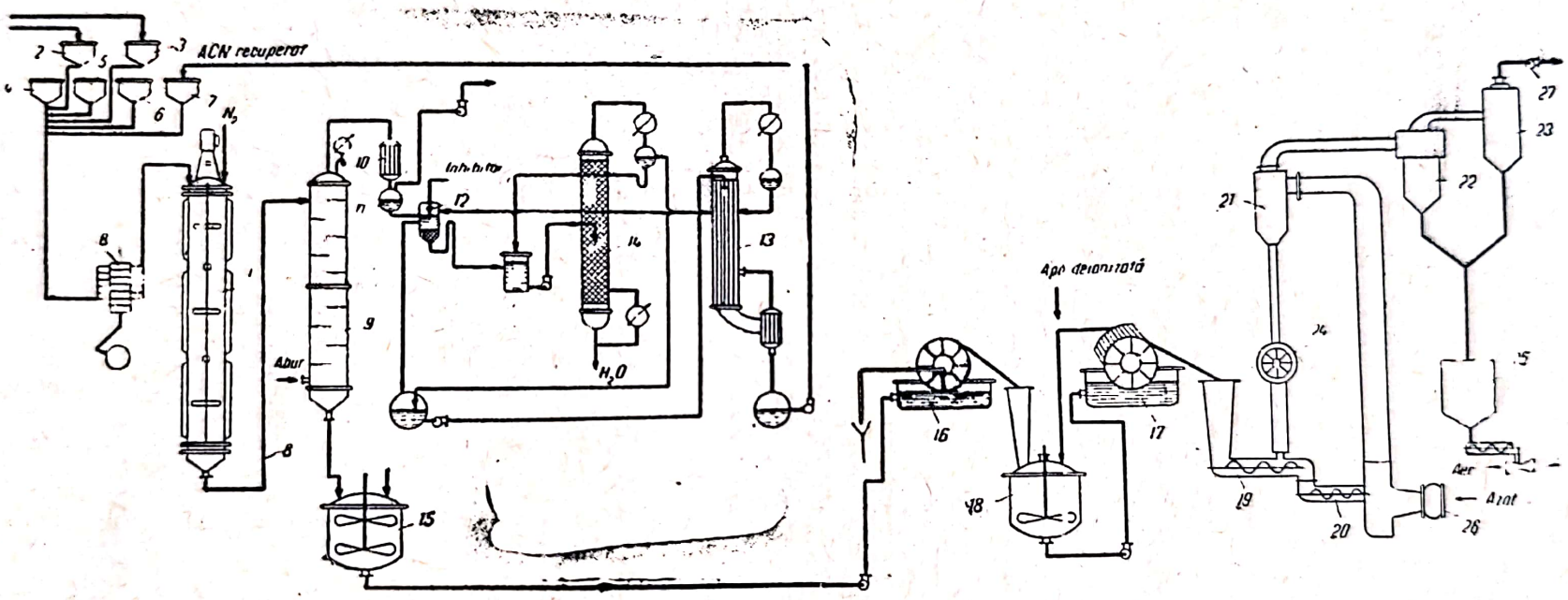


Fig. 62. Schema de obținere și de purificare a poliacrilonitrilului :

1 — reactor de polimerizare ; *2—7* — vase de măsură ; *8* — conductă ; *9* — coloană de demonomerizare ; *10* — refrigerent; *11* — condensator ; *12* — separator de faze ; *13* — coloană de distilare ; *14* — coloană de deshidratare ; *15* — vas de polimeri ; *16, 17* — filtre rotative cu celule ; *18* — vas de spălare; *19, 20* — transportoare cu melc ; *21, 22, 23* — cicloane ; *24* — dezintegrator rotativ ; *25* — siloz de polimer uscat ; *26, 27* — suflante.

Scanned with OKEN Scanner

strat de monomer cu apă şi un strat apos. Faza apoasă trece în continuare înapoi la distilarea azeotropă pentru recuperarea monomerilor dizolvaţi, iar faza organică, de monomer, se depozitează în rezervoare de „produs recuperat" şi se alimentează la polimerizare prin pompa specială pentru componente, în raportul calculat, care este apropiat de proporţia în care se formează în proces.

Trebuie să se dea atenţie deosebită compoziţiei monomerilor recuperaţi, întrucît de la caz la caz se produc reacţii secundare şi se impurifică cu anumite componente care pot acţiona ca inhibitori sau ca acceleratori şi pot produce dereglări în funcţionarea instalaţiei şi în calitatea polimerului.

Pentru a avea un amestec constant de monomeri recuperaţi la dozare, este indicat să se corecteze compoziţia şi, în cazul existenţei impurităţilor dăunătoare, să se facă o purificare preliminară a acestora. În acest fel se asigură dozarea constantă a componentelor, fără pierderi de monomeri.

Suspensia de polimer liberă de monomerii nereacţionaţi este evacuată continuu la baza coloanei de stripare şi este colectată în rezervoare speciale pentru suspensie.

Suspensia de polimer se filtrează, în proces continuu, pe filtre rotative speciale sub presiune, unde suspensia este trimisă prin intermediul unei pompe. Polimerul filtrat are aspectul unei turte albe conţinînd 50—60% apă şi este depus pe plăcile filtrante de unde se desprinde şi este descărcat în alt rezervor, unde se spală cu o cantitate proaspătă de apă, formînd din nou o suspensie care trece la filtrarea a doua. Această spălare a polimerului după prima filtrare este necesară pentru obţinerea unui polimer mai pur, liber de urme de acid sulfuric, săruri şi alte impurităţi care sînt dăunătoare în masa soluţiei de filare. Filtrul rotativ se compune din 144 plăci filtrante, confecţionate din material plastic şi îmbrăcate cu un material textil din fire polipropilenice sau poliesterice, pentru a rezista la temperatură şi mediul acid al suspensiei.

Defecţiunile de la etanşeizarea plăcilor sau datorate materialului textil pot duce la pierderi de polimer. Întreţinerea filtrelor şi calitatea plăcilor filtrante este o problemă de bază pentru a asigura continuitatea procesului. Montarea şi demontarea frecventă a plăcilor filtrante le degradează şi necesită înlocuirea lor.

Polimerul filtrat sub formă de turte, cu 50—60% apă, este trecut în instalaţia de uscare. Prin intermediul unui melc amestecător se amestecă turta de polimer cu o cantitate de pulbere uscată şi în continuare al doilea melc îl conduce în tubulatura de uscare unde se antrenează cu aer preîncălzit la 120°C. Particulele grosiere şi

Scanned with OKEN Scanner

aglomerate sînt separate de un ciclon dezintegrator şi returnate în circuitul de uscare. Particulele fine sînt separate într-un ciclon şi apoi reţinute în filtrele cu saci. În final, polimerul, tot prin intermediul unui melc transportor, este trimis în depozitele de polimer pulbere (buncăre) şi apoi direct la secţia de filare. În anumite cazuri, polimerul se poate ambala în saci sau se poate păstra în depozitele secţiei. Polimerul obţinut are următoarele caracteristici: pulbere albă, umiditate admisă maximum 1%, masă moleculară 60 000±5 000, viscozitate absolută 1,55—1,60 (relativă 1,6—1,7).

Polimerul nu se topeşte, se descompune începînd de la 250°C.

Pentru evitarea degradării termice a polimerului în procesul de uscare, se utilizează temperaturi pînă la 120°C ; aceasta este necesar şi pentru preîntîmpinarea autoaprinderii.

Instalaţiile de uscare sînt prevăzute cu circuit de azot pentru introducerea de gaz inert, în caz de pericol.

2. MODERNIZĂRI ÎN PROCESUL DE FABRICARE A POLIACRILONITRILULUI

Pentru asigurarea unei calităţi cît mai omogene a polimerului şi pentru reducerea costurilor de fabricaţie s-au aplicat treptat, la fiecare etapă de dezvoltare, îmbunătăţiri din care menţionăm :

— reducerea cantităţii reziduale de săruri din polimer, provenite din suspensie la sinteză, prin mai multe acţiuni ;

— introducerea operaţiei de preamestecare a monomerilor pentru asigurarea la debitare a unui raport constant între componenţi ;

— reducerea timpului de reacţie la polimerizare la 45—60′, ceea ce creşte productivitatea pe utilaj şi eliminarea posibilităţilor de post reacţie în prezenţa monomerilor reziduali, care pot crea neomogenităţi în polimer prin reacţii ulterioare ;

— utilizarea sărurilor de fier ca promotor în complexul catalitic de iniţiere, deoarece creşte viteza polimerizării radicalice, reducerea sărurilor care impurifică polimerul şi în acelaşi timp are efect economic prin diminuarea consumului de catalizatori ;

— utilizarea polimerului umed la dizolvare cu reducerea parţială a fazei de uscare.

Preocuparea în direcţia protecţiei polimerului faţă de acţiunile termice au condus la introducerea unei faze de preuscare continuă la temperatură scăzută şi diminuarea temperaturii de uscare propriu-zisă.

Procedeul de filtrarea polimerului pe filtre rotative sub presiune a fost înlocuit în noile instalaţii prin filtre cu vacuum de mare productivitate.

Scanned with OKEN Scanner

D. COPOLIMERIZAREA ACRILONITRILULUI DIRECT ÎN DIZOLVANTUL DE FILARE

Acest procedeu este aplicat industrial pentru cazul dimetilformamidei (Wolprila R.D.G., Velicreu Italia), tiocianaţilor (Caurtanlds Anglia, Anilana Polonia, Mavlon Iugoslavia etc.) şi clorurii de zinc (Beslon Japonia).

În principiu, procedeul prezintă avantajul că elimină fazele de filtrare, uscare, stocarea polimerului şi dozarea componenţilor de dizolvare a polimerului, precum şi prepararea soluţiei de filare.

Prin aceasta se diminuează volumul investiţiilor în punctele de mai sus ale fluxului tehnologic, dar volumul utilajelor este crescut la alte instalaţii, întrucît timpul de polimerizare este lung în majoritatea tehnologiilor, ceea ce impune capacităţi mari pentru reactoare, vase de stocare a soluţiilor şi utilajele pentru eliminarea monomerilor nereacţionaţi.

Din punct de vedere al calităţii soluţiei, procedeul este evident superior, pentru că asigură : concentraţii ridicate în polimer, polidispersitate mai redusă şi claritatea soluţiei de filare, ceea ce demonstrează absenţa gelurilor determinate de fracţiunile polimere prea înalte şi greutatea moleculară medie mai ridicată.

Toate aceste deosebiri avantajează procesul de formare al fibrei din punct de vedere al structurii şi se regăsesc în caracteristicile de calitate ale fibrei.

Pentru cazul carbonatului de etilenă, studiile privind copolimerizarea în vederea obţinerii directe a soluţiei de filare s-au extins mai mult timp, dar nu s-au putut elimina toate dificultăţile specifice.

În ultima perioadă s-a stabilit un proces continuu de pilot, rezolvîndu-se aparativ şi faza de demonomerizare (îndepărtarea ACN-ului nereacţionat). Acest procedeu se definitivează pentru perspectivă datorită interesului pe care-l prezintă calitatea produselor, reprezentînd de fapt, în final, un alt tip de fibră acrilică şi economie de energie.

Carbonatul de etilenă nu permite introducerea directă a iniţiatorilor anorganici (persulfaţi), întrucît aceştia accelerează descompunerea chimică a acestuia, de aceea a fost necesar să se studieze iniţierea cu peroxizi organici care au dat rezultate bune.

Folosirea peroxizilor organici impune introducerea unor comonomeri cu grupe polare, pentru a asigura vopsirea fibrei. Se pot utiliza toţi comonomerii cu grupe acide sau bazice cunoscuţi în literatură, precum şi comonomerii cu mai multe funcţii chimice specifice cercetărilor din etapa actuală.

Scanned with OKEN Scanner

Alegerea acestora, în afara calităţii pe care o conferă, se bazează şi pe aspectele economice. Pentru R. S. România utilizarea unui astfel de comonomer este corelat cu sinteza acestuia pentru asigurarea necesarului cantitativ prin producţie proprie.

Deşi există un procedeu propriu complet omologat pentru obţinerea fibrelor chimice din carbonat de etilenă cu avantajele arătate mai înainte, totuşi, datorită cantităţilor reziduale de acrilonitrat, există reţineri pentru aplicarea industrială din motive de nocivitate. Problema va fi reluată, întrucît reducerea de energie este importantă.

E. OBŢINEREA FIBRELOR

1. FILAREA

Filarea poliacrilonitrilului se face din soluţie.

După principiul de bază al filării, sînt utilizate două procedee : *filarea umedă* şi *filarea uscată*.

Filarea umedă este procedeul cel mai frecvent folosit şi este aplicat în diferite variante, după specificul fiecărei tehnologii, rezultînd numeroase tipuri de fibre acrilice, cunoscute sub diferite denumiri industriale. Pentru operaţia de filare, elementul determinant este dizolvantul, care poate diferenţia un tip de fibră de altul.

Se înţelege prin *filare umedă,* procedeul după care se ajunge la fibră prin extruderea soluţiei de polimer într-un dizolvant corespunzător, într-o baie de filare, care prin diferenţă de solubilitate coagulează polimerul sub formă de fibră.

Dizolvanţii cunoscuţi pentru aplicarea industrială a poliacrilonitrilului se împart în două categorii :

— dizolvanţi organici ca : dimetil-formamida, dimetil-acetamida, dimetil-sulfoxidul, carbonatul de etilenă etc. ;

— dizolvanţi anorganici ca : clorura de zinc, tiocianatul de sodiu, tiocianatul de potasiu, clorura de calciu, percloratul de potasiu şi acidul azotic.

Condiţiile pe care trebuie să le îndeplinească un dizolvant pentru a fi utilizat industrial sînt :

— să aibă un punct de fierbere înalt pentru cazul filării umede şi mai înalt în cazul filării uscate ;

— să nu fie toxic, inflamabil, explosiv şi să fie uşor de manipulat la parametrii de lucru ;

Scanned with OKEN Scanner

— să fie recuperabil în proces continuu printr-o metodă accesibilă ;
— să fie economic și ușor de fabricat ;
— să nu aibă acțiune corosivă asupra instalațiilor.

Cel mai răspîndit dizolvant, în prezent, este dimetil-formamida care se pretează și la filarea uscată.

În țara noastră, dizolvantul de filare este carbonatul de etilenă.

Operațiile principale pentru obținerea fibrei Melana sînt :
— dizolvarea polimerului, matisarea și omogenizarea soluției de filare ;
— filtrarea I a soluției de filare ;
— dezaerarea soluției ;
— filtrarea a II-a a soluției de filare ;
— colectarea soluției de filare în vas tampon ;
— trimiterea soluției la mașina de filat ;
— filtrarea soluției la mașina de filat ;
— filarea și coagularea fibrei ;
— etirarea, spălarea, avivarea, uscarea și încrețirea cablului ;
— fixarea, tăierea, afînarea și ambalarea fibrei finite.

Prepararea soluției de filare. În secția de dizolvare, polimerul sub formă de pulbere este depozitat în silozuri speciale, iar soluția de dizolvant într-un rezervor separat, avînd o concentrație de 86% carbonat de etilenă și 13% apă.

Silozurile de polimer sînt prevăzute cu vibratoare electromagnetice cu 6 000 oscilații/min, pentru a preveni aglomerările și pentru a se ușura golirea.

Operația de dizolvare trebuie să fie efectuată în condiții care să asigure în proces continuu dozarea exactă a componentelor, pentru obținerea unei concentrații constante de polimer în soluția de filare.

Compoziția soluției de filare este :

— carbonat de etilenă	75%
— apă	11%
— poliacrilonitril	14%

Întrucît concentrația în polimer trebuie să fie păstrată cu o variație de $\pm 0{,}5\%$, dozarea polimerului se efectuează cu un cîntar automat. Din buncăr, polimerul cade pe un transportor elicoidal, care alimentează continuu cîntarul de dozare și intră în amestecătorul rapid, în paralel cu dizolvantul care este adus prin intermediul unei pompe dozatoare reglabile, fiind preîncălzit la temperatura de 80°C, pentru a ușura dizolvarea rapidă a polimerului. Toată

Scanned with OKEN Scanner

instalaţia este menţinută prin încălzire cu apă caldă la temperatura de lucru. După dozarea componentelor, amestecul este puternic agitat în vasul numit *amestecător rapid*, unde are loc dizolvarea polimerului şi formarea soluţiei de filare, de unde se alimentează prin cădere liberă în cel de-al doilea amestecător, în care se perfectează şi omogenizarea soluţiei de filare.

În primul amestecător se introduce şi cantitatea de suspensie de bioxid de titan necesară pentru matisarea soluţiei. Dozarea suspensiei de bioxid de titan trebuie să fie uniformă, pentru a se obţine o concentraţie constantă, întrucît variaţiile pot produce deficienţe în finisarea fibrei.

Soluţia de filare astfel produsă nu poate fi utilizată, întrucît conţine impurităţi, particule nedizolvate, geluri şi fracţiuni insolubile de polimer, ceea ce ar împiedica continuitatea filării.

Pentru obţinerea unor soluţii cu filabilitate corespunzătoare, aceasta este supusă operaţiei de filtrare şi dezaerare. Filtrarea se face prin filtre-presă cu material textil filtrant (molton şi batist). Soluţia de filare este transportată cu o pompă în mod constant şi presată prin materialul filtrant, la o presiune de lucru de 10 at. În cazul în care presiunea creşte în filtru, trebuie să fie schimbat materialul filtrant ; pentru a se asigura continuitatea filtrării, există filtre de schimb care intră în circuit.

Materialul filtrant de la filtrarea a II-a trebuie să aibă o fineţe superioară, pentru reţinerea impurităţilor mai fine din soluţia care nu au putut fi reţinute la filtrarea I.

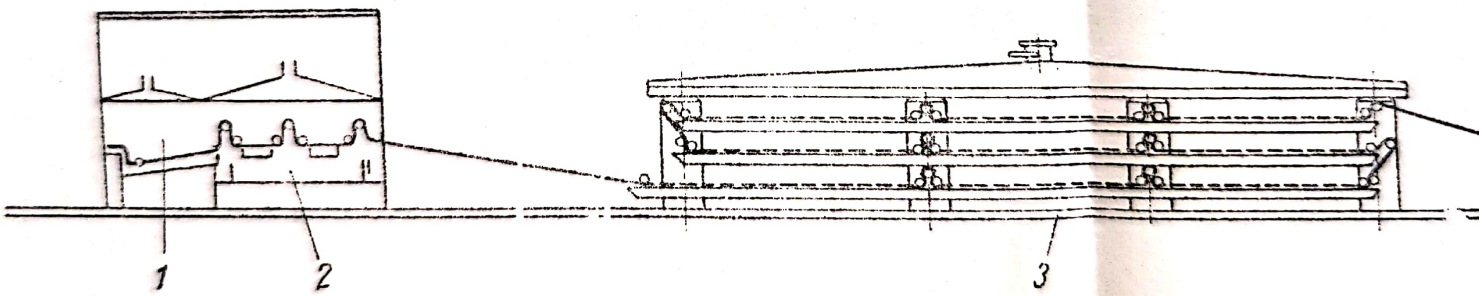
Între filtrarea I şi filtrarea a II-a soluţia de filare este supusă unei operaţii de dezaerare. Prin dezaerare se înţelege îndepărtarea bulelor de gaze (aer, bioxid de carbon din soluţie) care nu sînt admise, întrucît la coagulare provoacă defecte, în structura fibrei, sub formă de spaţii goale.

Dezaerarea se execută într-un rezervor special, prin trecerea soluţiei în peliculă, la o temperatură de 90°C sub vid.

Pentru a nu se modifica compoziţia soluţiei de filare, prin antrenarea variabilă a apei, este recomandabil să se lucreze la un vid mediu şi o viscozitate a soluţiei constantă, pentru ca fluidul care curge să aibă aceeaşi grosime de strat.

În aceste condiţii se poate asigura o compoziţie constantă. Nu este permisă compensarea evaporărilor de apă prin introducerea de apă în circuit, întrucît se produc coagulări de polimer, care duc la o soluţie de calitate inferioară pentru filare. Această fază de fabricaţie este un punct esenţial pentru filare şi trebuie urmărită în mod deosebit. Soluţia dezaerată este trecută prin filtrarea a II-a şi colectată în vasele tampon pentru filare.

Scanned with OKEN Scanner



1 — baie de coagulare ; 2 — valțuri de etirare ; 3, 4 — spălătoare cu igheabu

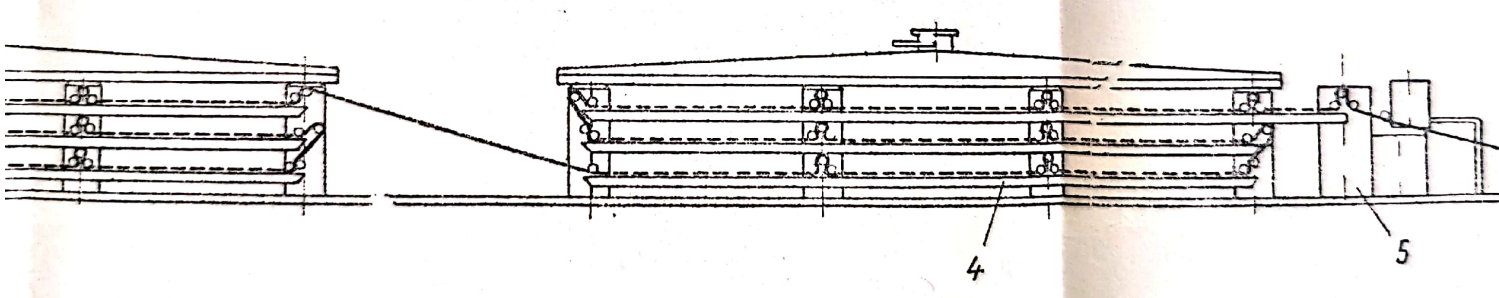
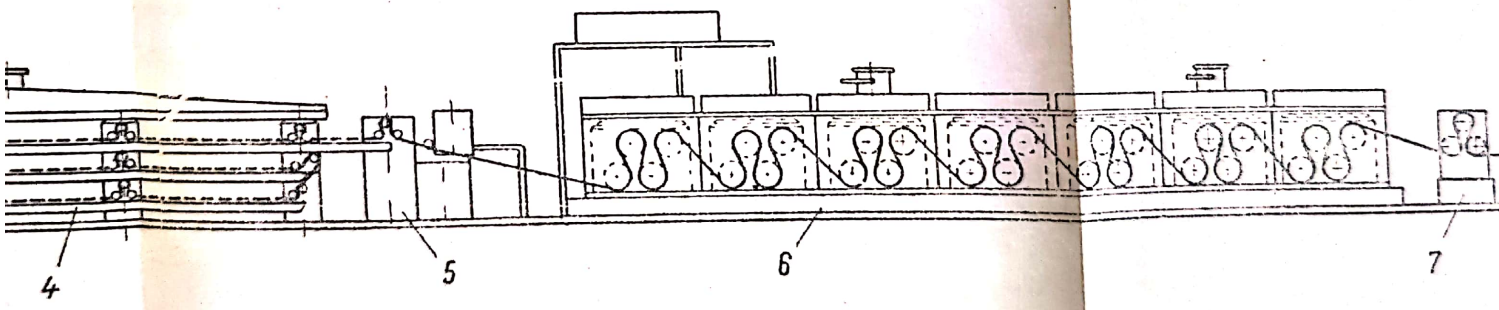


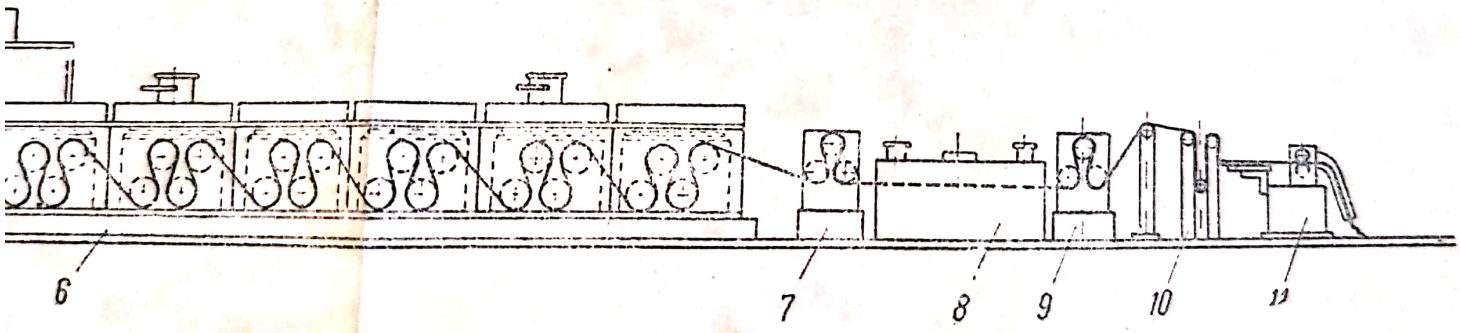
Fig. 64. Schema liniei de filare pentru fibre Melana :
3, 4 — spălătoare cu jgheaburi ; 5 — baie de avivare ; 6 — uscător cu valțuri cu șapte compartimente ;

Scanned with OKEN Scanner



iei de filare pentru fibre Melana :
tor cu valțuri cu șapte compartimente ; 7, 9 — etirare finală ; 8 — aburire ; 10 — tensionarea cablului ; 11 — ma

Scanned with OKEN Scanner



finală ; *8* — aburire ; *10* — tensionarea cablului ; *11* — mașină de încrețit.

Prin intermediul unei pompe transportoare, soluția este trimisă la mașina de filat. Întreg circuitul este încălzit cu apă caldă pentru menținerea temperaturii de 80°C.

Variațiile de temperatură modifică viscozitatea soluției, influențînd debitul pompetelor de filat (fig. 63).

În fig. 64 este reprezentată schema de principiu a liniei de dizolvare-filare pentru fibra Melana.

Mașina de filat este prevăzută cu 12 sau 18 locuri de filare, distribuite pe două părți ale liniei. Soluția de filare este presată

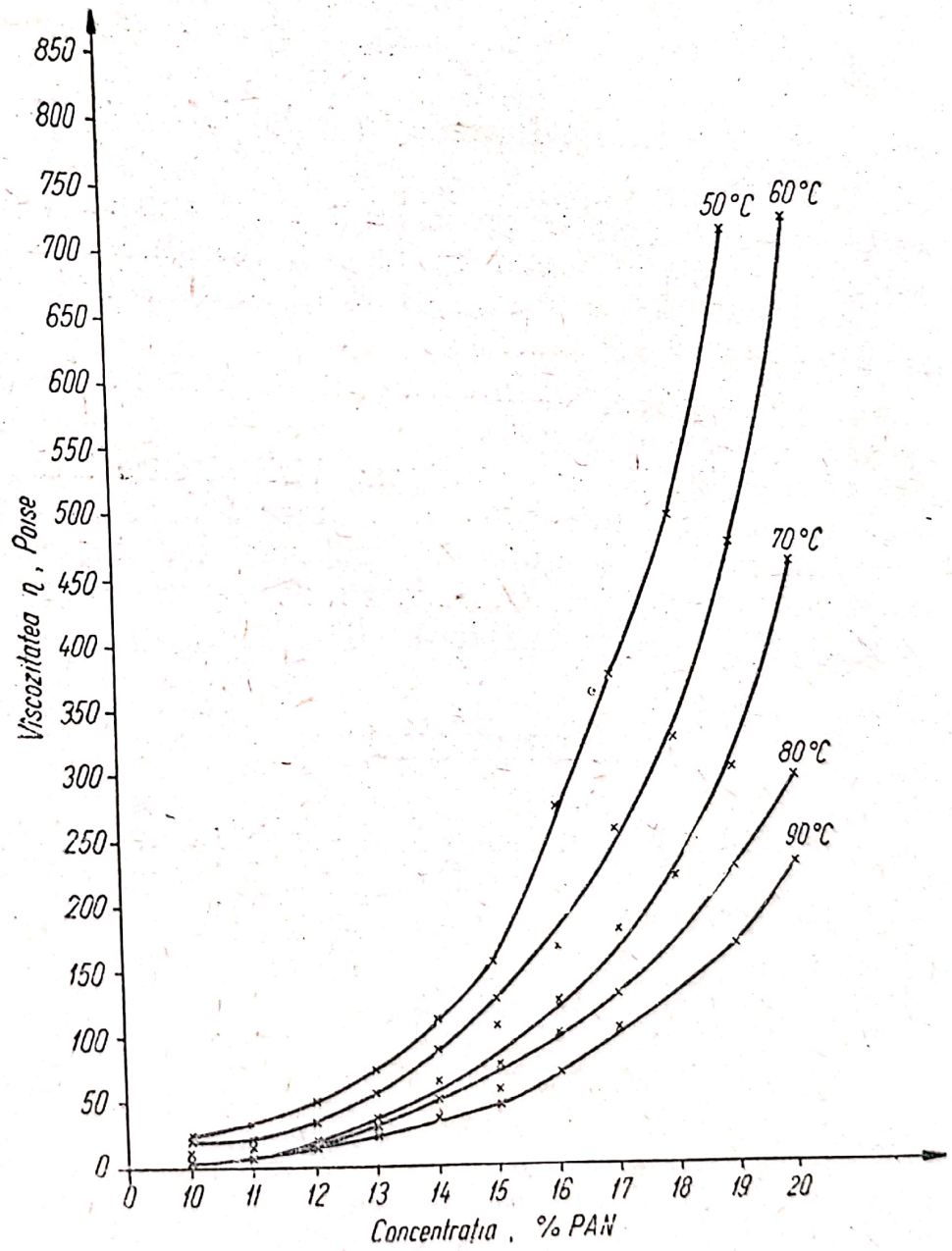


Fig. 63. Variația viscozității funcție de concentrație de PAN în EC de 87% la diferite temperaturi.

prin pompete cu roți dințate cu debit de 75 cm^3/rot, inițial prin filtre-bujii pentru eliminarea tuturor impurităților și apoi prin filiere. Filierele cele mai folosite sînt confecționate din tantal. Filierele se aleg în funcție de finețea filamentelor filate. Distanța dintre orificii este foarte importantă, pentru a nu produce lipirea filamentelor proaspăt filate ca urmare a circulației corespunzătoare a băii de coagulare. De asemenea, mărimea secțiunii orificiului are importanță pentru valoarea întinderii la filieră. Aceasta se stabilește în corelare cu ceilalți parametri de filare.

Cablul de la fiecare filieră este transportat prin baia de filare, alcătuind un cablu unic care în continuare este supus celorlalte operații.

Imersia fibrelor proaspăt formate în baia de coagulare are loc pe o distanță de 100 cm.

Parametrii de coagulare au mare importanță pentru calitatea și structura fibrei. Poziția filierelor în baie și menținerea constantă a concentrației pe toată înălțimea lichidului în baie este de mare importanță pentru omogenitatea coagulării.

Aceasta se poate asigura prin construcția specială a băii, volum redus și circulație mărită a soluției.

Factorii care determină calitatea coagulării și care trebuie permanent controlați sînt : concentrația de polimer din soluția de filare, viscozitatea, polidispersia și compoziția polimerului, compoziția soluției de filare, concentrația în carbonat de etilenă, temperatura băii de coagulare și întinderea la filieră.

2. ETIRAREA

Cablul colectat din baia de coagulare conține cantități mari de dizolvant și se prezintă sub formă plastică. Etirarea cablului se efectuează în mai multe trepte, în condiții care să asigure rezistența la plesnire a filamentelor și să împiedice alunecarea unor porțiuni din cablu. Aceasta este important pentru omogenitatea caracteristicilor fibrei finite. Prin etirare, fibra este orientată puternic în lungimea axului, îmbunătățindu-se valorile caracteristicilor fizico-mecanice.

Etirarea se realizează cu ajutorul a trei grupe de galeți (valțuri) cu viteze reglabile în funcție de rapoartele de etirare convenabile și cu posibilitatea de încălzire interioară a valțurilor cu apă caldă, pentru a se evita lipirea filamentelor și pentru a ajuta întinderea.

Scanned with OKEN Scanner

Între grupul I şi II de galeţi se efectuează etirarea uscată, iar între grupul II şi III de galeţi, unde forţa de întindere este mai mare, se imersează cablul într-o baie care conţine carbonat de etilenă 10—15%, la o temperatură de 90—95°C, ceea ce uşurează operaţia de etirare. Ridicarea temperaturii la valţuri peste 70°C nu este recomandabilă, întrucît şi în acest caz se produce lipirea filamentelor.

Stropirea continuă a galeţilor de etirare şi formarea unei pelicule de lichid împiedică lipirea filamentelor în timpul etirării. Evitarea plesnirii filamentelor la etirare este importantă pentru calitatea fibrei, întrucît porţiunile rupte, antrenate de cablu, rămîn cu altă structură decît fibrele normale, producînd defecte în produsul finit.

Din vitezele crescînde ale celor trei grupe de galeţi se poate obţine un raport de etirare pînă la 1 : 5. Este foarte important să se realizeze o distribuire cît mai lentă a cablului pe galeţii de etirare, atît pentru operaţia de etirare cît şi pentru fazele următoare.

După operaţia de etirare, cablurile, sub formă de benzi, sînt trimise în faza următoare, la instalaţia de spălare.

3. SPĂLAREA

Această operaţie are rolul de a îndepărta carbonatul de etilenă din fibră. Spălarea se execută în spălătoare cu jgheaburi etajate şi împărţite în două grupuri.

La trecerea dintr-un jgheab în altul, cablul este presat cu ajutorul unor valţuri de stoarcere pentru a uşura eliminarea dizolvantului. Apa de spălare circulă în echicurent cu benzile de fibră şi are temperatura de 60—65°C în primul spălător, unde concentraţia în carbonat este mai mare, şi 90°C în al doilea spălător, unde concentraţia în carbonat de etilenă este mai mică.

Urmele de dizolvant se îndepărtează cel mai greu din fibră. Lungimea de spălare este de 74 m. Apa din spălătoare este adusă în baia de coagulare, pentru menţinerea concentraţiei în carbonat de etilenă.

Este deosebit de important pentru calitatea fibrelor ca îndepărtarea dizolvantului să fie aproape totală, ajungîndu-se la o concentraţie maximă de 0,5% carbonat de etilenă în fibră finită. Depăşirea acestei valori duce la o modificare a caracteristicilor de bază ale fibrei în operaţiile următoare, prin acţiunea de dizolvare asupra fibrei la temperaturi înalte (uscare, fixare). În mod deosebit se re-

Scanned with OKEN Scanner

marcă o creştere de alungire şi cădere de rezistenţă care sînt proporţionale cu conţinutul de dizolvant distribuit în fibră.

În continuare, cablul este transportat cu aceeaşi viteză prin baia de avivare, unde se imersează pentru ameliorarea încărcării electrostatice şi obţinerea moliciunii corespunzătoare.

Alegerea substanţei de avivare, corespunzătoare, este de importanţă esenţială pentru fabricaţie, întrucît ea determină prelucrarea fibrei, capacitatea de afînare, de adeziune şi încărcarea electrostatică a fibrei.

O fibră cu caracteristici fizico-mecanice ideale poate fi inutilizabilă dacă substanţele de avivare sau cantitatea preluată de fibră sînt necorespunzătoare.

În cazul în care gradul de spălare este insuficient, în baia de avivare se găseşte în mod curent carbonat de etilenă care poate să crească, întrucît prin circularea soluţiei de avivare se concentrează.

La ieşirea din baia de avivare, cablul este presat prin valţuri de stoarcere, pentru îndepărtarea excesului de soluţie de avivare. În continuare cablul este trecut la faza de uscare.

4. USCAREA

Operaţia principală prin care se perfectează structura fibrei este uscarea. Modul cum se realizează uscarea cablului determină calitatea şi omogenitatea fibrei finisate. În general, este cunoscut că fibrele acrilice filate din soluţii apoase de dizolvant au o structură microporoasă din procesul de coagulare, care se păstrează pînă la uscare. În cazul în care această structură nu este corectată în operaţia de uscare, fibra devine inutilizabilă datorită următoarelor deficienţe: prezintă nuanţe mult diferite la vopsire, chiar pentru aceeaşi cantitate de colorant legată chimic de fibră, şi prin tratamente termice la finisare şi purtare apar pete mai intense, datorită modificării structurii fibrei, care nu mai pot fi ameliorate.

Uscarea fibrei trebuie să fie aplicată asupra cablului întins, şi după îndepărtarea totală a apei, în continuare, la o temperatură mai înaltă, pentru corectarea structurii fibrei.

Maşina de uscat se compune din 28 valţuri, în grupe de cîte 4, cu diametrul de 500 mm şi lăţimea de 700 mm. Primele grupe sînt încălzite cu vapori la 140°C şi ultimele încălzite electric pentru ridicarea temperaturii pînă la 180—190°C.

Fibrele privite la microscop înainte de uscare au un aspect opac, închis la culoare şi privite cu ochiul liber prezintă un aspect

Scanned with OKEN Scanner

puternic mat. După modificarea structurii pe instalaţia de uscare, fibrele prezintă un aspect lucios, uşor gălbui, şi privite la microscop sînt perfect transparente. Este cea mai simplă metodă de a verifica dacă operaţia de uscare este bine executată.

O fibră transparentă se vopseşte perfect în culori stabile. Valţurile de uscare au viteze reglabile. După uscare se aplică o etirare finală care se realizează în continuare, trecînd cablul prin două grupe de valţuri cu viteze diferenţiate. Între cele două grupe de valţuri există o zonă de încălzire care permite întinderea finală a cablului.

Etirarea finală măreşte rezistenţa fibrei, capacitatea de contracţie şi scade alungirea. Raportul total de etirare poate ajunge astfel pînă la 1 : 7. Rapoartele de etirare componente se stabilesc în funcţie de ceilalţi parametri tehnologici şi de caracteristicile fibrei finite.

5. ÎNCREŢIREA

Aceasta este operaţia care se efectuează pe o maşină specială şi se realizează presînd cablul între doi cilindri încălziţi cu apă caldă într-o cameră de compresiune. Înainte de a intra în maşina de încreţit (fig. 65) cablul este tensionat şi aburit pentru a uşura operaţia de încreţire, rezultînd o încreţire bună.

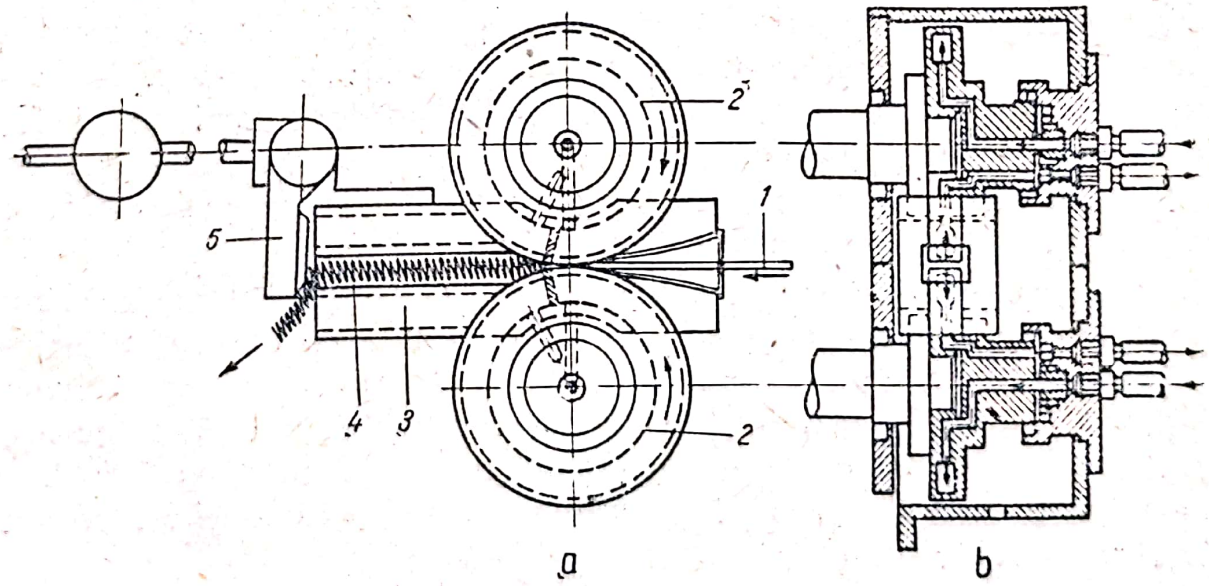


Fig. 65. Maşina de încreţit :
a — schema de funcţionare ; *b* — secţiune ;
1 — cablu ; *2* — pereche de valţuri ; *3* — cameră de presiune ; *4* — cablu încreţit ; *5* — clapetă de închidere cu presiune.

Ondulația are rolul de a înlocui solzii lînei naturale și are mare importanță pentru adeziunea fibrelor în operațiile de prelucrare textilă.

La ieșirea din mașina de încrețit, cablul este colectat în căni. Valoarea încrețirii se exprimă în număr de ondulații pe centimetru (3—5) sau în procent de întindere față de fibra încrețită.

Cablul rezultat de la mașina de filat, colectat după operația de încrețire, se poate prelucra în mai multe feluri, după destinație, și anume : pentru fibră normală este trecut la fixare și tăiere la diferite lungimi, pentru fibră contractabilă, cablul trece direct la tăiere fără fixare. Cea mai avantajoasă prelucrare a cablului este obținerea directă a palelor pentru tricotaje și țesături pe mașini speciale.

6. FIXAREA

Fixarea încrețirii și a celorlalte caracteristici ale fibrei se poate aplica asupra fibrei tăiate sau asupra cablului, în cutii de aluminiu perforate. Aceste cutii sînt introduse în cărucioare și apoi într-o autoclavă orizontală unde se realizează fixarea prin tratament termic cu abur direct și vid. Programul de lucru al autoclavei și parametrii se stabilesc după valorile pe care trebuie să le îndeplinească fibra. Respectarea parametrilor de fixare este obligatorie și instalația se conduce automat. Fixarea este o operație foarte importantă care imprimă proprietățile fibrei finite și modul cum este condusă poate influența omogenitatea caracteristicilor. Prin fixare, fibra se modifică sub acțiunea termică, în sensul scăderii rezistenței față de starea inițială, creșterea alungirii și rezistenței la buclă și eliminarea capacității de contracție. În operația de fixare se lucrează de obicei cu temperaturi cuprinse între 110 și 120°C.

Fixarea continuă. În instalațiile noi se execută fixarea continuă cu ajutorul unui aparat special montat pe linia de filare la ieșirea cablului de la mașina de încrețit. Acest aparat preia pe o bandă continuă cablul, îl depune în formă de bucle pentru asigurarea unui timp de staționare în zona caldă de 1—2 min, la 160°C. În acest tratament termic se face contractarea totală a fibrei respectiv fixarea cablului.

Procesul continuu de fixare a îmbunătățit parametrii fibrei datorită faptului că realizează contracția fibrei, fără să modifice esențial celelalte caracteristici.

Scanned with OKEN Scanner

Operaţia continuă este mai economică, reducînd manipularea cablului pe şarje discontinue, conducînd în acelaşi timp la un grad de uniformitate mai mare şi menţinîndu-se caracteristicile fizico-mecanice ale fibrei. Din aceste motive, în prezent s-a abandonat fixarea discontinuă pentru fibra scurtă.

7. TĂIEREA

Pentru obţinerea fibrei tip lînă sau bumbac se execută tăierea pe maşini speciale, de obicei, după fixarea prealabilă a cablului. În mod excepţional cablul se taie direct pentru obţinerea fibrei contractabile, întrucît trebuie să i se lase nealterată capacitatea de contracţie.

Cablul este alimentat în partea superioară a maşinii de tăiat (fig. 66) şi prins între două roţi cu fante care îl conduce în zona de tăiere, unde se rotesc în plan orizontal cuţitele care execută tăierea.

Se pot obţine diferite lungimi, după cererea beneficiarilor, în funcţie de utilizări (30—40 mm pentru tipul bumbac ; 60, 75, 80, 90, 100, 120 mm pentru tipul lînă ; 150 mm pentru tipul covor.

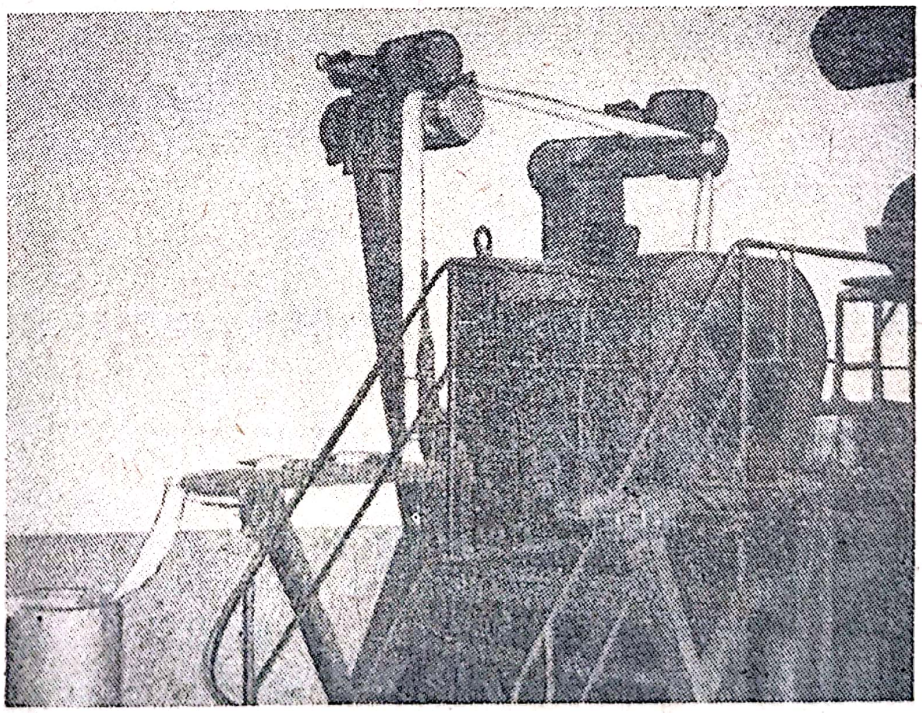


Fig. 66. Maşina de tăiat fibre.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru realizarea acestor lungimi se pot schimba fantele, numărul de cuţite şi roţile care le acţionează. Defecţiunea principală care apare la tăiere este obţinerea de fibră cu lungime multiplă, ca rezultat al aglomerării unor şuviţe sau al tăierii incomplete. Acestea nu sînt acceptate în prelucrarea textilă. O defecţiune mare care se poate întîmpla este obţinerea de fibre cu lungimi variate. Aceasta se poate întîmpla la schimbarea cuţitelor de tăiat, prin montarea numărului nereglementar de cuţite pentru lungimea respectivă. Cuţitele se schimbă des pentru a fi perfect ascuţite (aproape la fiecare balot) şi trebuie să fie permanent verificat dacă condiţiile de tăiere corespund cu lungimea nominală.

8. AMBALAREA

Fibra tăiată este transportată pneumatic în camerele de depozitare (boxe), de unde se alimentează tot pneumatic presele de balotare. Se confecţionează baloturi cu greutatea cuprinsă între 150 şi 200 kg, care sînt protejate cu hîrtie de ambalaj.

Baloturile sînt etichetate cu toate datele necesare care să permită identificarea fibrei. În mod curent este nevoie să se specifice fineţea fibrei, în den sau tex, lungimea de tăiere în mm, matisarea, avivarea, linia de filare şi partida.

Încurcarea datelor privind caracteristicile fibrei poate produce defecţiuni mari în prelucrare, care se pun în evidenţă, de obicei în operaţiile finale, cînd nu se mai poate interveni cu nimic.

Întregul proces tehnologic de obţinere a fibrei Melana impune un nivel ridicat al celor care deservesc toate fazele, o experienţă şi o disciplină riguros respectată.

F. OBŢINEREA ŞI RECUPERAREA DIZOLVANTULUI DE FILARE

1. OBŢINEREA CARBONATULUI DE ETILENĂ *(procedeul vechi)*

Carbonatul de etilenă — $CO_3(CH_2)$ — şi-a găsit utilizare industrială numai după ce a fost descoperit ca dizolvant pentru poliacrilonitril. Procedeul iniţial de sinteză din etilenglicol şi fosgen a fost abandonat datorită costurilor ridicate, toxicităţii şi coroziunii deosebite. Datorită acestui fapt nu se mai descrie procesul tehnologic.

Scanned with OKEN Scanner

2. SINTEZA DIRECTĂ A CARBONATULUI DE ETILENĂ
(producător Combinatul de fibre sintetice Săvineşti)

Procedeul de obţinere a carbonatului de etilenă direct din oxid de etilenă şi oxid de carbon conduce la un cost mai redus al acestuia şi o puritate mai bună. Reacţia este catalizată de o bază cuaternară de amoniu.

Caracteristicile materiilor prime. Oxidul de etilenă are următoarele caracteristici :

— Oxid de etilenă	99,2%
— Bioxid de carbon	0,01%
— Acetaldehidă	0,008%
— Umiditate	0,03%

Oxidul de etilenă se depozitează în rezervoare din oţel V4A, la temperatura sub 10°C, cu protecţie de N_2, în condiţii deosebite de etanşare. Datorită inflamabilităţii, explozivităţii şi tendinţei de autopolimerizare, condiţiile de manipulare şi păstrare a oxidului de etilenă sînt riguroase.

Bioxidul de carbon are următoarea compoziţie :

CO_2	85% vol.
O_2	2,7%
CO	0,6—2%
H_2	3,8—7,8%
CH_4	0,3—0,9%
N_2	0,5—2%
H_2S	20 mg/m^3

Pentru prepararea catalizatorului se utilizează bromură de etil şi trietilamină de puritate ridicată. Ambele se manipulează cu precauţie, fiind toxice şi inflamabile.

Fazele procesului tehnologic. Acestea sînt :
— prepararea şarjei de catalizator ;
— lichefierea bioxidului de carbon ;
— sinteza carbonatului de etilenă ;
— degazarea şi separarea catalizatorului ;
— distilarea azeotropă şi purificarea produsului finit.

Prepararea catalizatorului. Catalizatorul este o soluţie de 3,6% bromură de tetraetil — amoniu în etilencarbonat. Reacţia are loc între bromura de etil şi trietilamină în cantităţi steochiometrice :

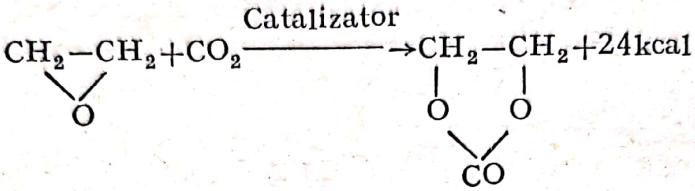
$$C_2H_5Br + N(C_2H_5)_3 \longrightarrow [(C_2H_5)_4N]^+Br^-$$

Pregătirea bioxidului de carbon. Pentru îndepărtarea impurităţilor din bioxidul de carbon, acesta este purificat pe cărbune ac-

Scanned with OKEN Scanner

tiv şi deshidratat în două etape. După uscare gazul este comprimat cu ajutorul unui compresor cu pistoane verticale la 80 at şi se lichefiază. Bioxidul de carbon lichefiat se depozitează în rezervoare.

Sinteza carbonatului de etilenă. Formarea carbonatului de etilenă din oxid de etilenă şi bioxid de carbon, în prezenţă de 1% bromura de tetraetil-amoniu, are loc în proces continuu la 190—200°C şi 80 at, după reacţia :



Se utilizează reactoare tubulare. Randamentul reacţiei faţă de oxid de etilenă este de 95%.

Produsul de reacţie conţine unele cantităţi din componenţii nereacţionaţi în amestecul de reacţie.

Pentru separarea lor produsul de reacţie se destinde la 1,5 at, într-o coloană de degazare. În continuare produsul se separă de catalizator într-un evaporator pelicular.

Carbonatul de etilenă brut se purifică în două trepte : o distilare azeotropă şi o purificare finală prin distilare, din care se obţine carbonat de etilenă pur. Carbonatul de etilenă este sensibil la hidroliză ; impurităţile acide, alcaline, sărurile anorganice şi metalele (fierul şi cuprul) iniţiază şi duc la creşterea vitezei de descompunere hidrolitică. Această proprietate poate influenţa negativ consumurile specifice, de aceea se adoptă soluţii corespunzătoare pentru transportul carbonatului de etilenă pe fazele de fabricaţie, pentru a se obţine o eficienţă corespunzătoare.

3. RECUPERAREA CARBONATULUI DE ETILENĂ

Baia de coagulare de la filatură, cu o concentraţie de 18—20% carbonat de etilenă, este în mod continuu colectată de la maşinile de filat şi trimisă în rezervoare betonate cu o capacitate de 100 m^3, care alimentează instalaţia de recuperare a dizolvantului.

Carbonatul de etilenă fiind un produs scump şi aflîndu-se în soluţia de filare în proporţie mult mai mare decît polimerul trebuie economisit pe toate fazele pentru ca procesul să fie rentabil.

Procedeul aplicat pentru recuperarea dizolvantului este, în principiu, bazat pe concentrarea în trepte a soluţiei diluate, pentru

Scanned with OKEN Scanner

îndepărtarea apei, urmat de deshidratare şi distilare finală pentru obţinerea carbonatului de etilenă pur.

Parametrii instalaţiei au fost adaptaţi la proprietăţile principale ale carbonatului de etilenă, care prezintă tendinţă de hidroliză cu formare de etilenglicol. El este antrenabil cu vapori de apă şi se descompune termic începînd de la 130°C. Aceste proprietăţi pot duce la pierderi mari de dizolvant, ceea ce a determinat stabilirea parametrilor pe toate fazele de recuperare, în condiţii care să menajeze proprietăţile carbonatului de etilenă, să ducă în acelaşi timp la pierderi mici. Soluţia diluată de carbonat de etilenă se concentrează în patru trepte (patru coloane de concentrare), ajungîndu-se de la 20—22% carbonat de etilenă la o concentraţie de 95—97%.

La partea inferioară a coloanei se obţine carbonat de etilenă liber de apă, în concentraţie de 99%. Acesta se alimentează la purificarea finală a produsului, într-o coloană de rectificare sub vid numită şi *coloana cu site,* unde se separă azeotropul glicol-carbonat de etilenă recuperabil şi carbonatul de etilenă pur care se introduce în circuit din nou, la prepararea soluţiei de 87%, pentru dizolvarea polimerului. Acest ciclu se repetă în mod continuu.

Pierderile sînt completate zilnic prin adaosuri de carbonat de etilenă rezultat la sinteză.

Consumul specific de carbonat de etilenă în condiţii normale de fabricaţie este în jur de 0,20 kg/kg fibră.

În fig. 67 este prezentată schema instalaţiei de recuperare a carbonatului de etilenă (etilen-carbonatul).

Consumul specific de solvent şi costul acestuia este unul din principalii indicatori care exprimă economicitatea procedeului.

În acest sens, de-a lungul a patru etape de dezvoltare, s-au studiat diferite soluţii pentru diminuarea consumului specific de EC raportat la fibră. Aceste măsuri au cuprins eliminarea pierderilor mecanice, reducerea timpilor de staţionare la temperatură a soluţiilor, reducerea impurităţilor care accelerează descompunerea hidrolitică şi alte măsuri care au rezultat din cercetarea în detaliu a proprietăţilor şi stabilităţii carbonatului de etilenă.

În acest mod, treptat în prima etapă s-a redus consumul specific de EC pînă la 200 kg/t.

Datorită importanţei oxidului de etilenă ca materie primă, în general, s-au concentrat studiile pentru valorificarea unei fracţiuni de la distilarea carbonatului de etilenă recuperat, care conform tehnologiei era un deşeu.

Scanned with OKEN Scanner

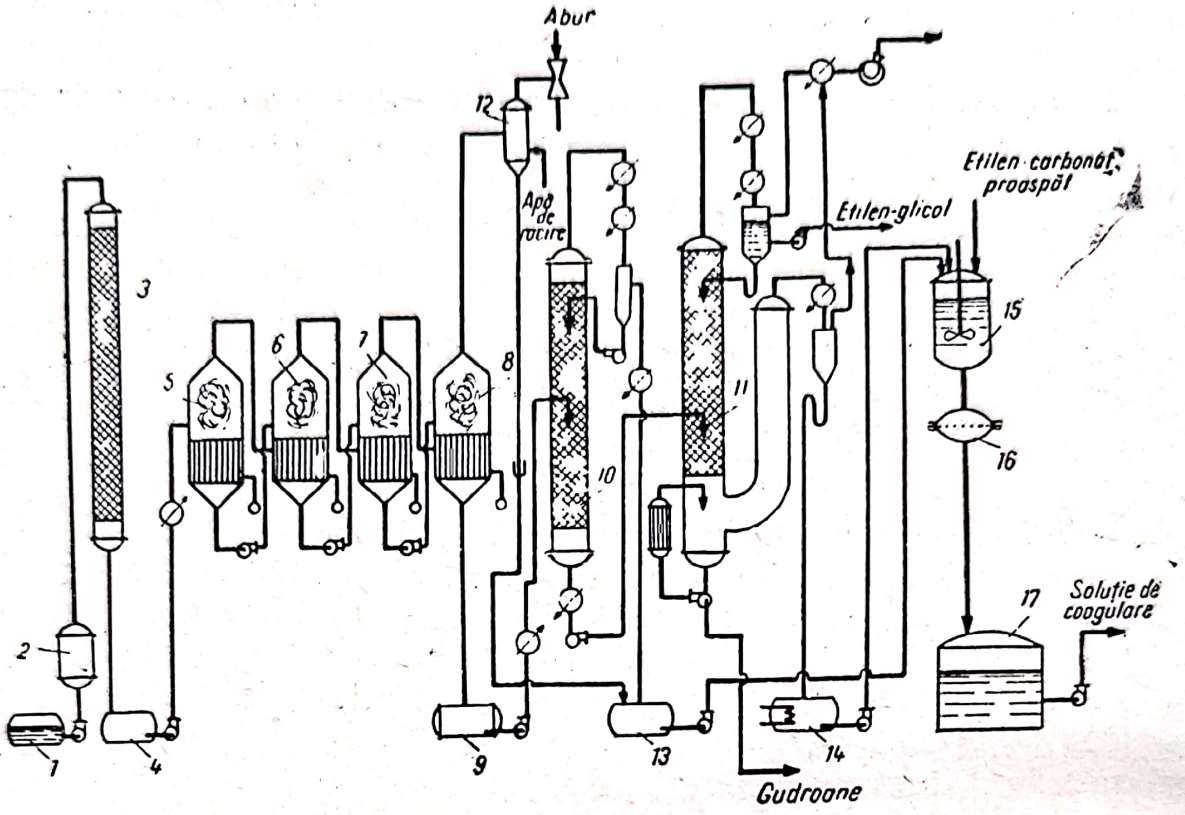


Fig. 67. Schema tehnologică de recuperare a carbonatului de etilenă :

1, 4, 9, 13 — rezervoare ; *2* — vas intermediar ; *3* — coloană cu schimbători de ioni ; *5, 6, 7, 8* — baterie (în serie) de evaporare ; *10* — coloană cu umplutură ; *11* — coloană de recuperare ; *12* — condensator tubular ; *14* — rezervor cu serpentină de încălzire ; *15* — vas pentru prepararea soluției proaspete de carbonat de etilenă ; *16* — filtru ; *17* — rezervor de depozitare.

Această fracțiune, numită *azeotrop-carbonat-etilenglicol,* conține 70% etilenglicol și 30% carbonat de etilenă, care este transformată în totalitate în etilenglicol printr-un proces de hidroliză sub presiune, într-o instalație separată.

Etilenglicolul rezultat (circa 300 t/an) se utilizează pentru sinteza fibrelor poliesterice și alte produse, contribuind indirect la recuperarea oxidului de etilenă corespunzător.

Prin aceste măsuri și prin recuperarea deșeurilor prin redizolvare în circuit, s-a reușit reducerea consumului de EC la 150 kg/t de fibră.

Respectarea strictă a parametrilor stabiliți pentru manipularea carbonatului de etilenă, atît în filare cît și în recuperarea băii de filare, este o condiție esențială pentru realizarea și reducerea în continuare a consumului specific de dizolvant.

Scanned with OKEN Scanner

G. MODERNIZĂRI ÎN FILAREA FIBRELOR ACRILICE PRIN PROCEDEUL UMED

Necesitatea generală de creștere a productivității și reducerea consumurilor energetice se regăsește în acest domeniu în mai multe direcții.

— Creșterea capacității liniilor de filare. În ultimii 10 ani s-au construit linii pînă la 1300 t/an capacitate. Aceasta se poate realiza prin creșterea numărului de cabluri pe linie sau cu mașini bilaterale.

Și la CFS Săvinești concepția adoptată la instalația Melana IV a condus la creșterea capacității pe linie cu 30%, prin funcționarea cu trei cabluri de fibră în loc de două cabluri. Prin această soluție s-a redus și numărul de mașini.

— Cablul destinat prelucrării în pală în producția proprie sau pentru export a crescut continuu pe plan general (pînă acum cablul standard a fost considerat de 480 000 den). Aceasta va crește în continuare în corelare cu mașinile de rupt cablu pe care se face prelucrarea acestuia. *Exemplu* pentru calculul în denier a unui cablu de linie de filare : Titru total cablu = 2500 × 2,5 × 9 = = 450 000 den

în care :

— nr. orificii filieră = 25 000
— titlul filament = 2,5 den
— nr. filiere/cablu = 9.

— Creșterea capacității pe mașinile de filare a fost posibilă și prin continua tendință de creștere a numărului de orificii pe filieră.

În momentul de față constructorii de filiere au realizat și propun pentru experimentare filiere pînă la 120 000 de orificii din aur-platină pentru fire acrilice.

Toate aceste posibilități tehnice de creștere a capacităților prin construcția liniilor de filare moderne se corelează din proiect cu sarcinile mecanice, sarcinile electrice etc., cerute de condițiile respective pentru asigurarea funcționalității liniei.

— Se remarcă, de asemenea, tendința de asigurare prin dotare a liniei cu utilaje de completare necesare obținerii fibrelor vopsite în procesul chimic.

Extinderea fibrelor vopsite crește valoarea fibrei și asigură competitivitatea.

Scanned with OKEN Scanner

De asemenea, se asigură posibilitatea de obținere a unei game largi sortimentale, atît din punct de vedere al finețiii cît și din punct de vedere al structurii și al tipului de polimer.

Se prevede aplicarea filării biconstituentă (din doi polimeri), bicomponentă, care presupune filiere speciale, a polimerilor modificați, pentru asigurarea unor proprietăți speciale (antistatizare, piling redus, colorabilitate, tușeu etc.). În ultimii ani, prin activitatea de cercetare s-a realizat un procedeu de obținere a fibrelor „modacrilice" care au proprietăți de neinflamabilitate datorită conținutului de clor din polimer.

Procedeul permite utilizarea aceluiași solvent (carbonat de etilenă) și va fi aplicat industrial într-o instalație special amenajată, cu punere în funcțiune în 1984, la Combinatul de fibre sintetice Săvinești.

În perioada următoare se vor aplica în producție o serie de fire acrilice din copolimeri noi, care se bazează pe comonomeri moderni realizați prin sinteze proprii.

Scanned with OKEN Scanner

PARTEA A CINCEA

Finisarea fibrelor chimice și pregătirea lor pentru prelucrare textilă

Capitolul X

OPERAȚII TEXTILE ÎN FABRICAREA FIBRELOR CHIMICE

Firele și fibrele rezultate de la mașina de filat nu pot fi utilizate în industria textilă decît după aplicarea unor operații cu specific textil, prin care se aduc produsele la forma stabilă, corespunzătoare pentru diferite destinații în prelucrarea lor în continuare la beneficiar.

Operațiile textile în fabricarea fibrelor și firelor chimice sînt obligatorii, în primul rînd pentru obținerea caracteristicilor fizico-mecanice corespunzătoare, pregătirea pentru prelucrarea textilă propriu-zisă și pentru asigurarea păstrării în bune condiții la depozitare și transport, precum și comportarea în prelucrare.

În continuare vor fi descrise operațiile cele mai importante care fac parte din fluxul tehnologic general, în fabricarea firelor chimice.

A. OPERAȚII TEXTILE PENTRU OBȚINEREA FIRELOR CONTINUE

1. ETIRAREA

Etirarea se aplică firelor sintetice fără excepție, pînă la rapoarte de întindere 1 : 10, în funcție de tipul de fire și de procedeul de fabricație și, în mai mică măsură, la valori mai mici firelor celulo-

Scanned with OKEN Scanner

zice, în special celor mai moderne tipuri (cord super-super și fibre polinozice).

La filarea din soluție, în majoritatea cazurilor, operație de etirare este executată în continuare pe linia de filare, imediat după procesul de coagulare.

La firele filate din topitură operația de etirare se aplică pe mașini speciale, în altă fază a procesului tehnologic, după un interval optim stabilit pentru condiționare.

Capacitatea de etirare a unui polimer depinde de starea de cristalinitate preliminară, întrucît etirarea se produce în condiții mai bune în cazul unui polimer mai amorf.

Firele sintetice filate din topitură se pretează normal etirării la rece, totuși pentru asigurarea unor condiții mai bune de prelucrare, în special la unele tipuri de fibre cum sînt fibrele poliesterice, se folosește curent etirarea la cald. Capacitatea de etirare crește cu temperatura la care are loc operația.

Una dintre caracteristicile importante pentru procesul de etirare este temperatura de tranziție de ordinul II, care reprezintă temperatura la care polimerul își schimbă brusc proprietățile, macromolecula devenind mai mobilă.

Valoarea temperaturii de tranziție de ordinul II este importantă în procesul de vopsire, de etirare, de modificare sub acțiuni termice etc. S-a constatat o capacitate mai bună de etirare la temperaturi superioare sau aproape egale cu temperatura de tranziție de ordinul II.

În cazul poliamidei, această temperatură este relativ joasă (47°C) și de aceea se poate realiza etirarea la rece, întrucît această temperatură ia naștere chiar în momentul întinderii în firul etirat.

În cazul firelor poliesterice, temperatura de tranziție de ordinul II este de aproximativ 80°C și este necesară o căldură suplimentară pentru a se putea realiza etirarea.

Operația de etirare se efectuează pe utilaje de tipul mașinilor de răsucit cu inele, din industria textilă, completate în principiu cu un dispozitiv de întindere, pentru fiecare loc de lucru, care realizează etirarea.

Mașina de etirat folosită la firele poliamidice Relon este răspîndită curent în fabricile de fire sintetice, are un număr de 160 fuse (locuri de etirat) și funcționează după principiul reprezentat schematic în fig. 68 și 69.

Bobinele de înfășurat de la filatură se așază la partea superioară a mașinii pe suport și se aplică un capac cu suprafața perfect lustruită, pentru a asigura desfășurarea firului.

Scanned with OKEN Scanner

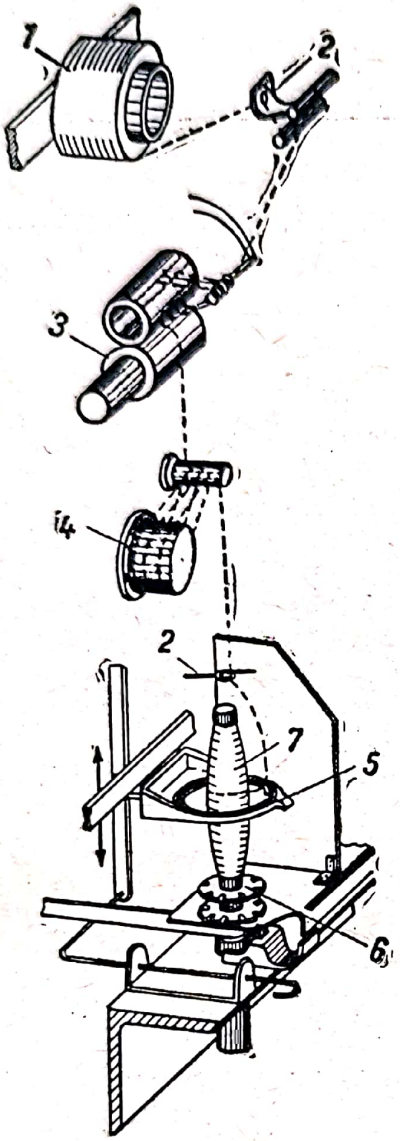


Fig. 68. Schema mașinii de etirat :

1 — bobină de filat sau cops de la mașina de răsucit preliminară ; *2* — conducător de fir ; *3* — valț de alimentare ; *4* — valț de etirat ; *5* — cursor ; *6* — fus ; *7* — cops.

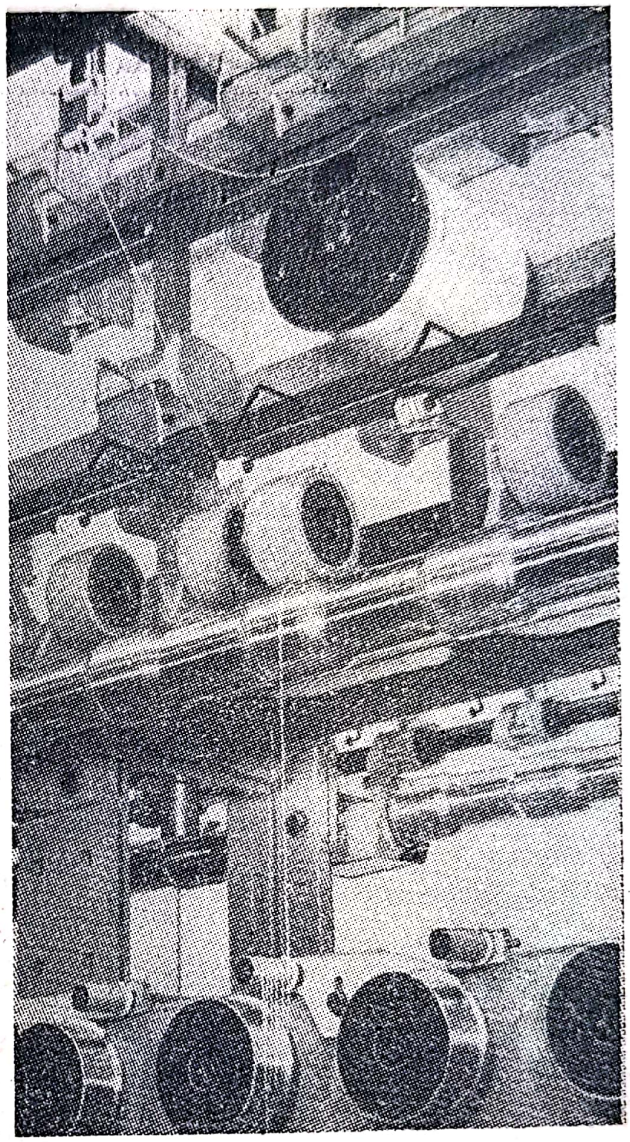


Fig. 69. Mașina de etirat fir relon.

De pe bobina de înfășurat firul este trecut prin conducător de fir și două bare de tensionat reglabile și în continuare peste rola de presat cauciucată și cilindrul de debitat care are o suprafață perfect polizată.

Firul este trecut de mai multe ori peste rola de presat și conducător pentru evitarea alunecării. Conducătorul de ghidare are suprafața crestată și o mișcare liniară alternativă, pentru a evita uzura

Scanned with OKEN Scanner

în acelaşi loc a rolei de presat, sub acţiunea firului. După cilindrul de debitat, firul este trecut pe dispozitivul de etirat, care se compune din role de distanţare şi rola cromată pentru întindere.

Pentru a evita alunecările, firul este trecut de 5—6 ori peste dispozitivul de etirat. Diferenţa de viteză dintre cilindrul de debitat şi viteza rolei de etirat reprezintă *raportul de etirare*. După dispozitivul de etirat, firul este trecut printr-un conducător (cursor), înfăşurîndu-se pe cops. Cursorul este montat pe un inel, pe banca care execută mişcarea de ridicare şi coborîre pentru depunerea firului pe cops.

Primele maşini de etirat de la Combinatul de fibre sintetice Săvineşti încărcau pe copsuri 300 g fir, iar ulterior s-au introdus maşini cu capacitate de 2 kg fir pe cops şi chiar mai mari.

Se lucrează cu viteze de 8 000 rot/min la fuse (cops) şi 560 m/min tragere fir. Firul de pe cops prezintă o mică torsiune, 15—20 ture/m.

Producţia maşinii, P, pe 24 ore este dată de relaţia :

$$P = \frac{TvN\eta 1440}{9000 \cdot 1000}$$

în care : T este titlul firului etirat, în den ;

v — viteza de tragere, în m/min ;

N — numărul de fuse ale maşinii (160) ;

η — randamentul maşinii (0,7—0,8) ;

9000 — constanta de transformare în denier.

Randamentul maşinii este calculat ţinînd seama de timpii de încărcare şi de descărcare şi de alte operaţii, în funcţie de comportarea firului la etirare.

Operaţia de etirare este o fază esenţială a procesului tehnologic, în care firul suportă cea mai mare solicitare. Pentru a se obţine un fir uniform şi cu capacitate de etirare satisfăcătoare, se va ţine seamă de următorii factori care condiţionează calitatea firului în fazele următoare :

— caracteristicile şi omogenitatea structurală a polimerului ;

— starea de cristalinitate a polimerului filat preliminar operaţiei de etirare şi uniformitatea cristalinităţii de la un loc de filat la altul ;

— natura şi proporţia soluţiilor de umezire şi a preparaţiei folosite la maşina de filat şi procentul preparaţie-apă pe fir ;

— aşezarea corectă a firului înfăşurat şi păstrarea nederanjată a stratului de fire pînă la sfîrşitul bobinării ;

Scanned with OKEN Scanner

— densitatea bobinei de înfăşurat ;

— climatul din sala de etirare este determinată pentru realizarea operaţiei ; modificarea climatului duce la oprirea secţiei ;

— întreţinerea maşinilor în general, verificarea valţurilor de presat, întrucît suprafeţele uleiate favorizează alunecările şi pot duce la zone neetirate sau mai puţin etirate, ceea ce este o defecţiune mare a firului ;

— alegerea corespunzătoare a cursorului şi schimbarea la timp este importantă, întrucît se pot produce scămoşări şi plesniri de filamente ;

— starea orificiilor filierelor ca dimensiuni şi asperităţi are importanţă pentru limitarea plesnirii filamentelor :

— alegerea raportului de etirare corespunzător, pentru a se obţine valorile optime ale alungirii firului fără să se depăşească capacitatea de etirare, pentru a se evita ruperea filamentelor ;

— tensiunea din copsuri şi sistemul de înfăşurare al firului pe copsul de etirart influenţează desfăşurarea ulterioară în operaţia de răsucit, urzit, texturat etc. ;

— aşezarea corectă a firului la începerea operaţiei si curăţirea firului neetirat la maşinile care permit îndepărtarea cantitativă de fir neetirat la pornire ;

— introducerea din greşeală a firului neetirat în ţesătură sau tricot este o defecţiune mare, datorită diferenţei de fineţe şi colorării mult mai închise, care este foarte vizibilă în produsul textil ;

— numărul de ruperi de la faza de etirare exprimă indirect calitatea firului şi comportarea în operaţiile textile principale ;

— adeziunea filamentelor şi formarea lor uniformă la răcire în dulapul de filare este importantă pentru faza de etirare, întrucît un filament care nu se comportă egal cu celelalte în procesul de etirare formează bucle care nu pot fi mascate prin răsucire ;

— în momentul ruperii, filamentele se înfăşoară pe rola de etirat şi semnalează lipsa lor din zona etirată.

Nu este permisă nesupravegherea maşinii şi trecerea în cops de porţiuni cu lipsă de filamente. Toată cantitatea de fir cu filamente lipsă din cops este îndepărtată şi apoi se continuă operaţia.

Etirarea firelor polifilamentare poliesterice. *Procedeul clasic.* Operaţia de etirare se aplică firelor PET pe maşini similare cu cele utilizate pentru fire poliamidice, cu precizarea că în acest caz etirarea se face la cald peste 70°C (temperatura de tranziţie a polimerului). Maşinile (fig. 70) convenţionale de etirare pentru fire PET sînt construite special, cu o zonă suplimentară care să permită încălzirea la 80°C a firelor în timpul etirării. Raportul de etirare

Scanned with OKEN Scanner

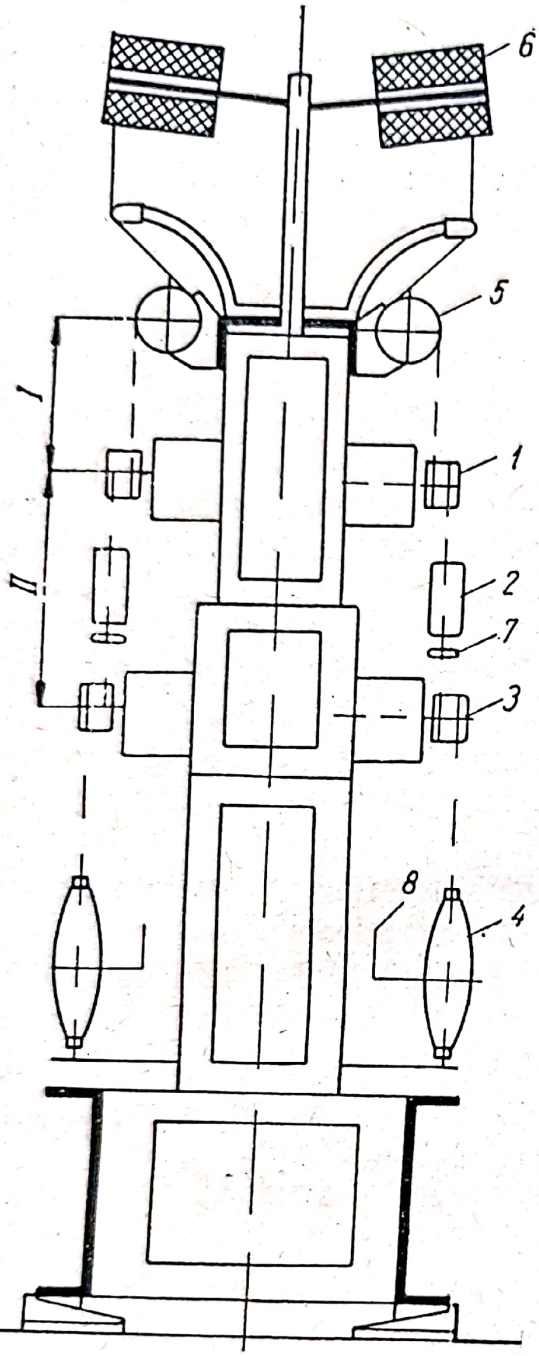


Fig. 70. Schema de principiu a maşinii de etirare la cald pentru fire textile PET :

1 — galet mare ; *2*— corp de încălzire ; *3* — galet în trepte ; *4* — cops înfăşurat ; *5* — role de alimentare ; *6* — bobine fir filatură ; *7* — ştif de etirare încălzit ; *8* — inel.

în funcţie de sortiment este cuprins între 1 : 3 şi 1 : 4. Uniformitatea aplicării raportului de etirare este o condiţie esenţială pentru asigurarea uniformităţii proprietăţilor tinctoriale ale firelor etirate. Viteza de debitare în operaţii de etirare este de 900—1000 m/min. În procesele de etirare firele primesc 10—15 torsiuni/m şi sînt depuse pe copsuri de 2,5—3 kg, în mai multe sisteme geometrice de înfăşurare care se stabilesc în funcţie de cerinţele desfăşurării în prelucrarea textilă.

Pentru evitarea ruperilor în faza de etirare este necesar să se respecte atît parametrii de filare cît şi întreţinerea suprafeţelor care vin în contact cu firul, care ar putea provoca scămoşări.

Folosirea unui cursor supradimensionat ca greutate sau uzat produce defecte în fir.

Modernizări în aplicarea etirării la firele textile PET. În ultimii ani constructorii de utilaje au lucrat continuu în direcţia reducerii fazelor de prelucrare pentru diminuarea costurilor şi ridicării calităţii produselor. În prezent sînt cunoscute şi se aplică industrial următoarele procedee noi :

a) etirare-texturare ;

b) filare-etirare.

a) Maşina de etirare-texturare care a fost descrisă la firele poliamidice, pentru cazul firelor poliesterice este modificată constructiv, în sensul asigurării fazei de etirare caldă.

Un astfel de utilaj, în afara zonei de încălzire pentru etirare, este prevăzut cu două zone de încălzire pentru texturare şi fixarea texturării, care conferă firului etirat în mod continuu, avînd dife-

Scanned with OKEN Scanner

renţă de temperatură între ele (texturare 200—220°C şi fixarea texturării 150—200°C), o texturare stabilă.

b) O altă variantă a etirării — texturării este cunoscută pentru firele PET, filate rapid, cu preorientarea pe maşina de filare.

Prin acest procedeu se realizează o treaptă de etirare intermediară la filare după care firul este în continuare etirat-texturat într-o singură fază, pe maşina de etirat-texturat. Această etirare complementară pentru întinderea completă a firului se face simultan cu texturarea. Raportul de etirare în cazul materialului preorientat este 1 : 1, 1—1 : 2, 8, iar pentru cazul materialului etirat-texturat este 1 : 3 — 1 : 4 (raport total).

Procedeul de etirare-texturare simultan combinat cu filarea rapidă este la ora actuală cel mai răspîndit şi se dezvoltă în continuare.

Acest procedeu s-a aplicat la Vaslui şi Iaşi.

2. RĂSUCIREA

Răsucirea este operaţia prin care filamentele unui fir continuu sînt torsionate împreună, pentru a se obţine creşterea rezistenţei la rupere, frecare şi agăţare. Firele celulozice şi sintetice folosite în ţesătorie sînt, în general, răsucite (torsionate) pentru protecţia filamentelor în operaţiile de urzit şi ţesut.

Pentru firele celulozice realizate pe maşini continue este posibil să se facă şi răsucirea pe aceeaşi maşină.

Valoarea răsucirii este măsurată prin numărul de torsiuni pe unitatea de lungime şi prin sensul în care s-a realizat răsucirea S sau Z (fig. 71).

În principiu, maşinile de răsucit sînt prevăzute cu fuse care permit montarea copsurilor cu fire rezultate de la etirare pentru firele sintetice, iar pentru firele artificiale se montează bobinele pe fuse cu ajutorul unui capac cu marginea perfect lustruită, pentru desfăşurarea firului în bune condiţii.

Viteza de mişcare a fusului este mult mai mare decît viteza de înfăşurare a firului pe bobina colectoare, ceea ce permite torsionarea firului.

Maşina de răsucit. Pentru torsionarea firelor artificiale şi sintetice se foloseşte maşina de răsucit cu etaje tip balon (fig. 72).

Scanned with OKEN Scanner

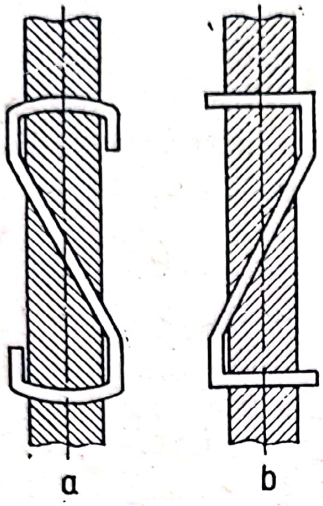


Fig. 71. Sensul de răsucire a firelor:
a — răsucire spre stînga (sensul „S“) ; b — răsucire spre dreapta (sensul „Z“).

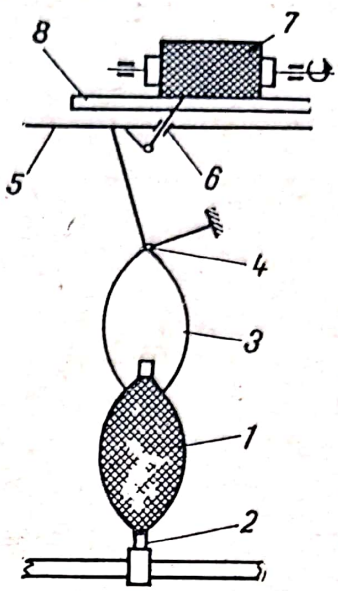


Fig. 72. Răsucirea pe mașina de răsucit cu etaje, tip balon :
1 — cops ; *2* — fus ; *3* — balon ; *4* — conducător de fir ; *5* — bară de reglarea tensiunii ; *6* — conducător de fir ; *7* — bobină ; *8* — cilindru de fricțiune.

Copsul cu firul etirat este fixat pe un fus de oțel, montat pe rulmenți speciali, antrenat de o curea care pune în mișcare un grup mai mare de fuse. Pentru a se asigura tangența curelei, fusele sînt dispuse pe grupe după o linie ușor curbată, iar la anumite intervale cureaua este dirijată prin role de ghidaj.

Viteza de mișcare a fusului este reglabilă între 4 000 și 12 000 rot/ min, în funcție de valoarea răsucirii care urmează să o capete firul. De la fus, firul este trecut printr-un conducător peste o bară de reglare a tensiunii firului și apoi este înfășurat pe o bobină, pusă în mișcare de cilindrul de tragere prin fricțiune.

Conducătorul de fir are mișcarea pe orizontală, depunînd firul pe lățimea bobinei. Bobina este montată pe un suport care se deplasează odată cu creșterea diametrului bobinei prin încărcare cu firul depus și permite mișcarea normală a cilindrului.

Firele de relon la mașina de răsucit sînt depuse pe bobine perforate, metalice, pentru a permite în continuare operațiile de spălare și fixare.

În cazul firelor de viscoză, care au fost spălate în prealabil operației de răsucire, firul răsucit este depus pe bobine de carton,

Scanned with OKEN Scanner

uneori obținîndu-se direct pe mașina de răsucit bobine uleiate în forma de livrare.

Fiecare etaj al mașinii este acționat de un motor electric care asigură mișcarea fuselor, a cilindrului de tragere și conducătorului de fir. Torsiunea se modifică prin schimbarea vitezei de tragere, lăsînd viteza fusului constantă, iar dacă este necesar se schimbă și viteza fuselor prin schimbarea șaibei motorului.

Forma pe care o descrie firul în spațiul de răsucire se numește *balon*.

Mărimea balonului este determinată de viteza fusului, de mărimea copsului, de distanța pînă la conducătorul de fir și de grosimea firului.

Productivitatea mașinii de răsucit este cu atît mai mică cu cît titlul firului este mai mic, torsiunea mai mare și viteza firelor mai mică.

Așezarea stratului de fire pe bobina de preluare poate fi făcută în mai multe feluri, după sursa conducătorului de fir :

— înfășurarea butoi, foarte indicată pentru firele din policaprolactamă, care permite încărcarea a 300 g fir pe bobină și se obține prin cursa variabilă a conducătorului de fir.

— înfășurarea cilindrică, care se obține cu cursa constantă a conducătorului, cantitatea de fir depus fiind 400—500 g.

Firele cu torsiune mare au tendința de a forma cîrcei, datorită tensiunilor create în fir, ceea ce impune un tratament umido-termic pentru fixarea firului.

Pentru a se obține o calitate bună la răsucit, trebuie luați în considerare următorii factori care pot influența operația :

— calitatea firelor de pe copsuri și numărul de întreruperi, care necesită multă atenție pentru eliminarea porțiunilor neetirate ;

— climatul din sala de răsucit trebuie să asigure o umiditate de 65% și o temperatură de 22—24°C.

— pentru cazul firelor artificiale, răsucirea se aplică după umidificarea bobinelor, pentru evitarea plesnirii filamentelor ; aplicarea răsucirii pe fire uscate produce o puternică scămoșare ;

— asperitățile de pe conducătorul de fir, bara de tensionare, marginile copsului, capacelor etc., pot produce deteriorarea filamentelor în timpul răsucirii și de aceea trebuie verificate cu grijă și înlocuite la timp ;

Scanned with OKEN Scanner

— frînarea mișcării bobinei de preluare a firului dintr-o cauză oarecare poate modifica valoarea torsiunii ;

— stabilirea parametrilor de torsionare în funcție de fir ;

— la întreruperea mașinilor, din diferite cauze, se produc fire cu torsiune variabilă (necorespunzătoare ca torsiune nominală), de aceea se vor evita întreruperile de curent sau alte cauze ;

— porțiunile de fir neetirat la sfîrșitul copsurilor sînt verificate cu grijă, pentru a nu fi introduse în firul normal pe bobina de preluare ;

— la schimbarea roților pentru modificarea torsiunii, pentru trecerea la alt sortiment, se verifică inițial atît valoarea cît și sensul torsiunii, în laborator, pentru a se evita încărcările de torsiune datorită unei greșeli de montaj a roților, și apoi se trece la producția normală ;

— firele care au tendință de formare a buclelor se torsionează de pe copsuri mai mici (200 g), la viteze mai mici ale fuselor, ceea ce micșorează productivitatea mașinilor ;

— așezarea corectă a stratului de fire pe bobina de preluare este deosebit de importantă ; deranjarea straturilor la capetele laterale ale bobinei influențează comportarea lor la derulare în operația de bobinare ;

— marcarea corectă a bobinelor evită încurcarea firelor (torsiuni și șarje), ceea ce, în caz contrar, poate duce la deficiențe mari în prelucrare ;

— transportul bobinelor pe faze se face cu cărucioare speciale, nefiind permisă manipularea bobinelor manual, pentru a evita degradarea firelor ;

— alimentarea mașinii de răsucit să fie făcută cu copsuri, pe cît se poate de aceeași greutate, care să permită descărcarea mașinii la anumite ore, în funcție de finețe și viteză, după grafic ;

— pentru buna funcționare a unei secții de răsucire, este recomandabil să se limiteze numărul sortimentelor și schimbările de torsiune, pentru utilizarea rațională și constantă a întregii capacități.

Dublă răsucire. Operația de răsucire este, în general, neeconomică, iar numărul de mașini este cu atît mai mare cu cît crește valoarea torsiunii. Pentru reducerea numărului de mașini, industria constructoare de mașini a adoptat principiul „dublei torsiuni". În cazul mașinii de dublă torsiune copsul este fix (ceea ce permite

Scanned with OKEN Scanner

utilizarea copsurilor mari), iar firul se desfăşoară şi este răsucit cu ajutorul unui disc la partea inferioară.

Pentru fiecare rotaţie se obţin două torsiuni.

În fig. 73 şi 74 se prezintă maşini de „dublă torsiune“ utilizate pentru fire texturate covor şi fire tehnice pentru fir simplu şi fir dublu.

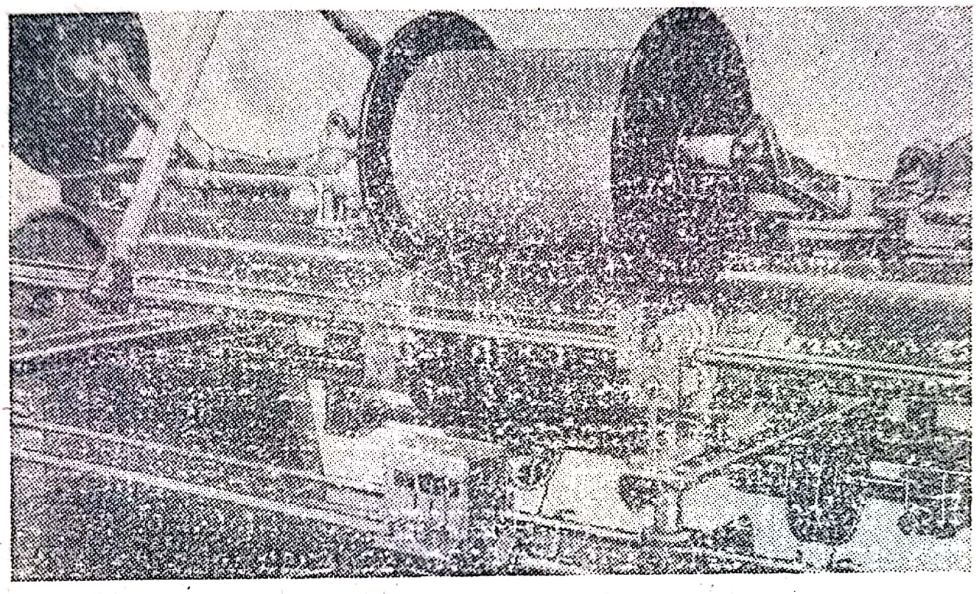


Fig. 73. Maşină de dublă torsiune pentru reţele cord, fire tehnice poliamidice.

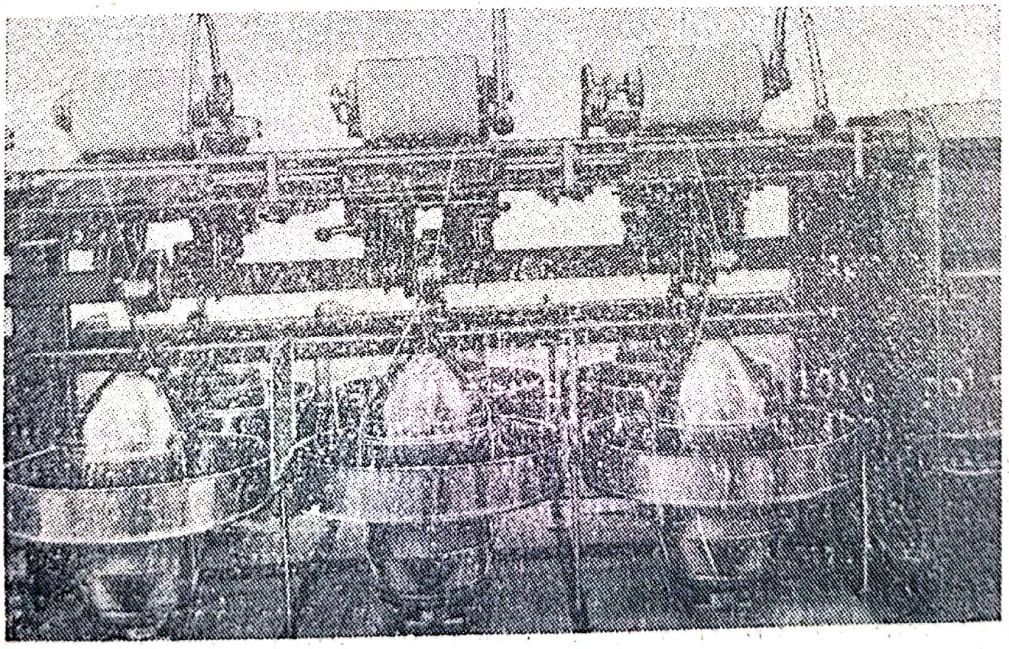


Fig. 74. Maşină de dublă torsiune pentru fire tehnice şi reţele cord poliamidice.

Scanned with OKEN Scanner

În fig. 75 se poate vedea schema de principiu a operației de „dublă torsiune".

Instalațiile noi sînt dotate numai cu mașini de dublă torsiune, pentru toate tipurile de fire.

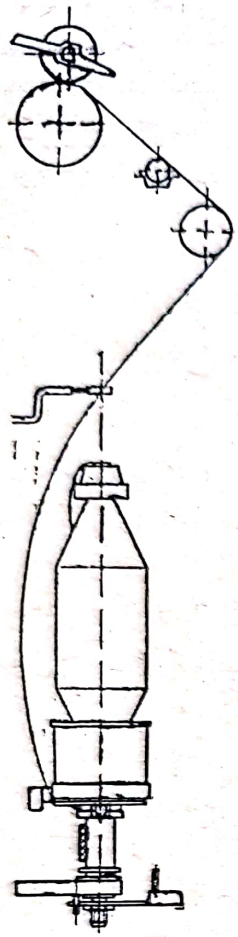


Fig. 75. Principiul dublei torsiuni

3. SPĂLAREA

Firele relon, răsucite și depuse pe bobine perforate, sînt trecute la operația de spălare, care are scopul de a reduce monomerul existent în fier într-o proporție de la 2,2—2,5% pînă la 1—1,5%. Spălarea se efectuează la temperatura de 85—90°C, cu apă demineralizată sub presiune, în autoclave de spălare.

Bobinele sînt așezate cap la cap pe un arbore cu suport vertical și etanșate prin garnituri de cauciuc. Flota de spălare, în care s-a adăugat și detergent, circulă prin interiorul bobinelor și iese la exterior. Operația durează circa 30 min, după care se face vid, pentru îndepărtarea parțială a apei.

Este foarte important să nu se aducă în apa de spălare impurități, rugină etc., care pot să pătrundă în fire și nu mai pot fi eliminate, producînd colorații.

Lacul bobinelor perforate trebuie să fie rezistent la monomer și temperatură, pentru că se poate produce umflarea și spargerea lui, care duce la colorarea firelor în contact cu suprafața, și la degradarea firelor la desfășurare.

4. FIXAREA

Fixarea firelor se efectuează după operația de spălare, în autoclave orizontale. Bobinele așezate pe suporturi sînt introduse în autoclave și sînt supuse intermitent, unui regim de tratare cu abur, sub vid, care menajează firele la oxidare, și apoi o perioadă mai lungă cu abur, iar în final din nou sub vid. Operația durează circa 120 min și este automatizată, temperatura fiind parametrul de bază care permite realizarea contracției stabilite în funcție de sortimente.

Scanned with OKEN Scanner

Prin operaţia de fixare se echilibrează tensiunile interne din macromoleculele firului şi, în acelaşi timp, se fixează torsiunea şi se elimină parţial sau total contracţia potenţială a firului.

Bobinele pe care este depus firul reprezintă un suport rigid şi în majoritatea cazurilor nu permite realizarea unei contracţii nule pentru sortimentul de fire total contractate. În asemenea cazuri se folosesc bobine elastice, care se modifică în timpul fixării, după tensiunea firelor care acţionează din exterior spre interior.

Dacă în prelucrare se aplică materialelor temperaturi mai înalte decît temperatura de fixare a firelor, aceasta se modifică în continuare.

Fixarea firelor sintetice este însoţită de o modificare structurală a polimerului care stabilizează molecula, faţă de temperatura aplicată.

La firele de viscoză se aplică, de obicei, numai vaporizarea pe bobine aşezate pe cărucioare, pentru fixarea torsiunii şi umidificarea firului, prin care se evită formarea cîrceilor în prelucrarea textilă.

Cea mai mare importanţă în operaţia de fixare, pentru asigurarea calităţii, o are temperatura. Dereglarea regimului termic în timpul operaţiei de fixare poate duce la valori eronate de contracţie, reprezentînd un mare pericol pentru calitate.

Fiecare şarjă de fixare este controlată de laborator şi apoi este dirijată, în continuare, la faza următoare.

5. BOBINAREA

Pentru o bună desfăşurare a firelor la prelucrarea în industria textilă şi transportul în bune condiţii, firele continue artificiale şi sintetice se rebobinează pe bobine conice de carton sau de material plastic.

O dată cu operaţia de rebobinare se realizează un control al firului, scoţîndu-se porţiunile neetirate, rupte, scamele etc., se uniformizează tensiunile şi, ceea ce este deosebit de important, se face uleierea antistatică simultan cu bobinarea, asigurînd comportarea firelor la urzit. Bobinarea se poate face pe diferite formate : conus, conus-biconus sau biconus (fig. 76).

Firele de viscoză se bobinează în bune condiţii pe bobine conice. Maşinile de răsucit pentru viscoză, mai noi, permit înfăşurarea directă a firului pe bobine biconus şi conus-biconus cu dispozitive de uleiere, formatele rezultate reprezentînd forma de bobi-

Scanned with OKEN Scanner

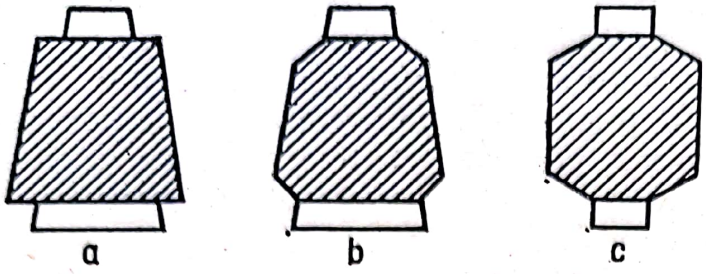


Fig. 76. Diferite forme de bobine cu fir finit :
a — format conus ; *b* — format conus-biconus ; *c* — format biconus.

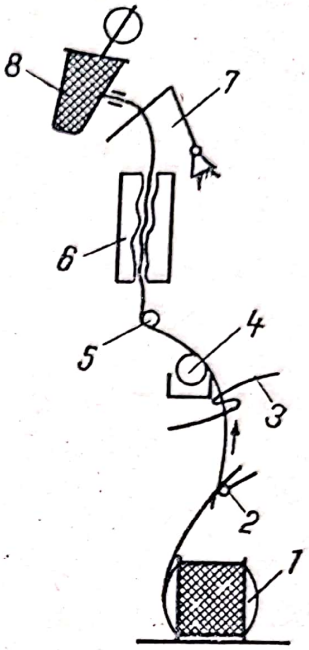


Fig. 77. Schema mașinii de bobinat în cruce :
1 — bobină ; *2, 5* — conducător de fir ; *3* — bare ; *4* — rolă ; *6* — dispozitiv de tensionare ; *7* — pîrghie de oprire ; *8* — bobină finală.

nare. Este un procedeu prescurtat avantajos, care prezintă dezavantajul că nu permite controlul firului finit, ca la mașina de bobinat.

Mașinile de bobinat sînt de mai multe tipuri. Mașina de bobinat tip Barmag, folosită la C.F.S. Săvinești, are 24 locuri de bobinat montate pe o singură parte a mașinii.

În principiu, așa cum se arată în fig. 77, firul este preluat de pe bobina de spălare prevăzută cu capace de material plastic, trecut printr-un conducător peste rola de uleiere antistatică și în continuare trecut printr-un dispozitiv de frînare și un cuțit de curățire, iar în final prin conducătorul de fir de la broșa de bobinare, peste care inițial a fost introdusă bobina suport pe care se depune firul.

Viteza de înfășurare pe bobină este în medie de 300 m/min, la o tensiune controlată.

Mașinile de bobinat moderne s-au îmbunătățit constructiv pentru creșterea producției și funcționează cu viteze mari cuprinse între 600 și 1 500 m/min. Aceste tipuri de mașini au fost introduse în instalațiile construite după 1969 la Săvinești și Iași și asimilate în țară.

Mașina este prevăzută la fiecare post de bobinare cu o pîrghie de oprire, care acționează în cazul întreruperii. Cursa conducătorului se scurtează treptat pe măsură ce crește diametrul bobinei pentru cazul formatului conus-biconus.

Operația de bobinare este foarte importantă pentru calitatea firului, reprezentînd ultimul control în finisarea produselor. Pentru

Scanned with OKEN Scanner

executarea în bune condiţii a bobinării se va ţine seama de următoarele observaţii :

— menţinerea constantă şi verificarea tensiunilor de bobinare la toate broşele ;

— curăţirea tuturor defecţiunilor din fire (filamente lipsă, porţiuni neetirate, scămoşări) ;

— executarea corectă a nodurilor şi amplasarea lor reglementară la suprafaţa bazei mici ;

— confecţionarea perfectă a formatului (bobinei), fără deplasări de straturi sau încrucişări la bază ;

— montarea corespunzătoare a bobinei pe suport, pentru ca cursa conducătorului să asigure, la ambele capete ale bobinei, distanţa reglementară. Depunerea firului aproape de marginea bobinei duce la deformarea straturilor de fire şi poate face firul inutilizabil la derulare ;

— alegerea bobinelor suport corespunzătoare din punctul de vedere al formei şi fără aspertăţi, în special la baza mică, este o condiţie importantă, pentru a nu se produce degradarea firului la desfăşurare ;

— realizarea procentului de uleiere antistatică, prin utilizarea turaţiei corespunzătoare la axul cu role, pentru obţinerea 1—2% încărcare pe fir ; turaţia axului cu role se stabileşte în funcţie de fineţea firului (eficacitatea reţelelor moderne a diminuat procentul) ;

— pregătirea corectă a reţetei de uleiere antistatică şi alimentarea uleiului la maşini, pentru păstrarea constantă a nivelului în jgheaburile de uleiere ;

— folosirea corectă a cuţitelor pentru curăţirea scamelor, cu reglarea distanţei în funcţie de grosimea firului ;

— nu este permisă ciocnirea bobinelor, murdărirea şi deranjarea straturilor de fire ;

— la începutul operaţiei de bobinareè bobina suport este marcată în interior, pentru fiecare sortiment de fir ;

— bobinele conice suport utilizate în culori diferite sînt repartizate pe sortimente.

Productivitatea maşinii de bobina este mai mică la firele subţiri şi creşte la firele cu denier mare.

La fabricile de viscoză se folosesc, în afară de maşini de bobinat pentru realizarea formatelor de bobinare, şi maşini de depănat pentru sculuri, livrîndu-se o mare parte din producţia de fire în sculuri.

Scanned with OKEN Scanner

6. SORTAREA FINALĂ ŞI AMBALAREA

Înainte de ambalarea producţiei de fire pe bobine sau sculuri are loc sortarea pentru trierea pe calităţi după aspect exterior şi semnalarea unor defecte care nu sînt permise în prelucrare la beneficiar.

Sortarea pe calităţi se efectuează după următoarele criterii : număr de noduri pe format, scame vizibile, grad de alb şi nuanţe, deranjări de straturi, deformări, încrucişări la bază, uleiere normală etc., după limitele stabilite în standardul de calitate.

Grija de bază a celor care sortează este să se verifice exact, pentru fiecare format, corespondenţa între marcajul care exprimă toate caracteristicile sortimentului respectiv şi ceea ce este efectiv.

Încurcarea sortimentelor, datorită etichetării greşite, amestecării şarjelor şi calităţii, este cea mai mare defecţiune care, în final, poate produce pagube importante în prelucrare. Eticheta de marcaj care însoţeşte bobina, în final, trebuie să cuprindă toate datele care interesează pe consumator şi care servesc în prelucrarea textilă (fineţea firului, numărul de filamente, torsiunea, tratamentul termic, şarja, calitatea).

Sortarea corectă presupune însuşirea temeinică a tuturor aspectelor de calitate, conştiinciozitate, specializarea personalului. Pentru protejarea ochilor şi observarea mai uşoară se folosesc lămpi speciale cu becuri solare (lumină albastră).

În vederea unui transport corespunzător, bobinele sînt ambalate în celofan şi cu protecţii de carton ondulat, după care sînt aşezate în cutii de carton.

B. OPERAŢII TEXTILE PENTRU OBŢINEREA FIBRELOR SCURTE

Fibrele scurte filate din topitură au acelaşi proces tehnologic (fibre poliamidice, poliesterice şi polipropilenice).

Fibrele obţinute prin filarea umedă au procesul de finisare pentru fibre chiar pe linia de filare cu toate fazele, ceea ce este descris în procesul general.

Procesul tehnologic de obţinere a fibrelor scurte filate din topitură este asemănător, în principiu, cu tehnologia firelor continue, cu deosebirea că operaţiile textile se aplică unui cablu de fibre

Scanned with OKEN Scanner

care, după trecerea prin toate fazele, este tăiat în final la lungimi diferite după utilizarea în prelucrarea textilă și procedeul aplicat pentru obținerea firelor textile din fibre. Lungimile de tăiere obișnuite sînt : 30—40 mm pentru fibre tip bumbac și 60—120 mm pentru fibre tip lînă.

Sortimentele de fibre se disting, în primul rînd, după natura fibrei și, în al doilea rînd, după finețea filamentului, lungimea de tăiere, luciul, capacitatea de contracție etc.

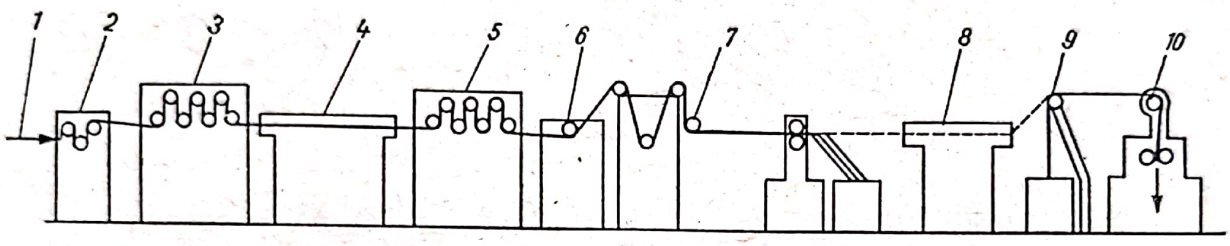


Fig. 78. Schema agregatului de prelucrare textilă a fibrelor sintetice :

1 — cablu ; *2, 3, 5* — valțuri de etirare ; *4* — zonă de încălzire ; *6* — dispozitiv de avivare ; *7* — mașină de încrețit ; *8* — dispozitiv pentru termofixare continuă ; *9* — valț de alimentare ; *10* — mașină de tăiat.

Pentru fibrele scurte, polimerul se filează direct din topitură sau din granule. Cablul de la fiecare filieră este colectat pe bobina de înfășurat, conform descrierii anterioare.

Pentru a se ajunge la fibre scurte se aplică principial operațiile reprezentate în fig. 78.

1. FIBRE POLIAMIDICE

Cablarea. Bobinele de la filatură, după un timp de condiționare, sînt montate pe un gater etajat (860 bobine) prevăzut cu gulere de bachelită pentru desfășurarea corectă a firului.

De la fiecare etaj se colectează toate firele în serie, formîndu-se mai multe cabluri, și în final un cablu comun care ajunge la 1 000 000 den.

Înainte de a trece în faza de etirare, cablul este legat cu ajutorul a două fire desfășurate de la două bobine care se rotesc constant în jurul cablului din același material. Această operație are rolul de a păstra forma cablului.

Scanned with OKEN Scanner

Cablul astfel obţinut înaintează în zona următoare, la operaţia de etirare. În fig. 79 este reprezentat gaterul pentru formarea cablului.

Etirarea. Etirarea cablului se face pe mai multe maşini aşezate în linie, în două trepte. Solicitarea cablului în această fază este foarte mare, avînd o rezistenţă mare şi o capacitate ridicată de încărcare electrostatică (pînă la 7 000 V/cm).

Raportul de etirare se obţine din vitezele crescînde ale celor trei grupe de valţuri, ajungînd în total la un raport de 1 : 3,5—1 : 6 (poliamide, polipropilenă). Între ultimele două grupe de valţuri de etirat este montat un aburitor, etirarea efectuîndu-se la cald, la 120—230°C, pentru a se reduce ruperea filamentelor în timpul întinderii.

Alunecările în această fază sînt nedorite, dînd diferenţe de alungire în fibră.

Spălarea. Operaţia de spălare se efectuează într-o baie de spălare prevăzută cu haspele, prin trecerea cablului de 20—22 ori, în scopul îndepărtării monomerului, întrucît în cazul firelor poliamidice există 4—5% conţinut de monomer. Spălarea se efectuează

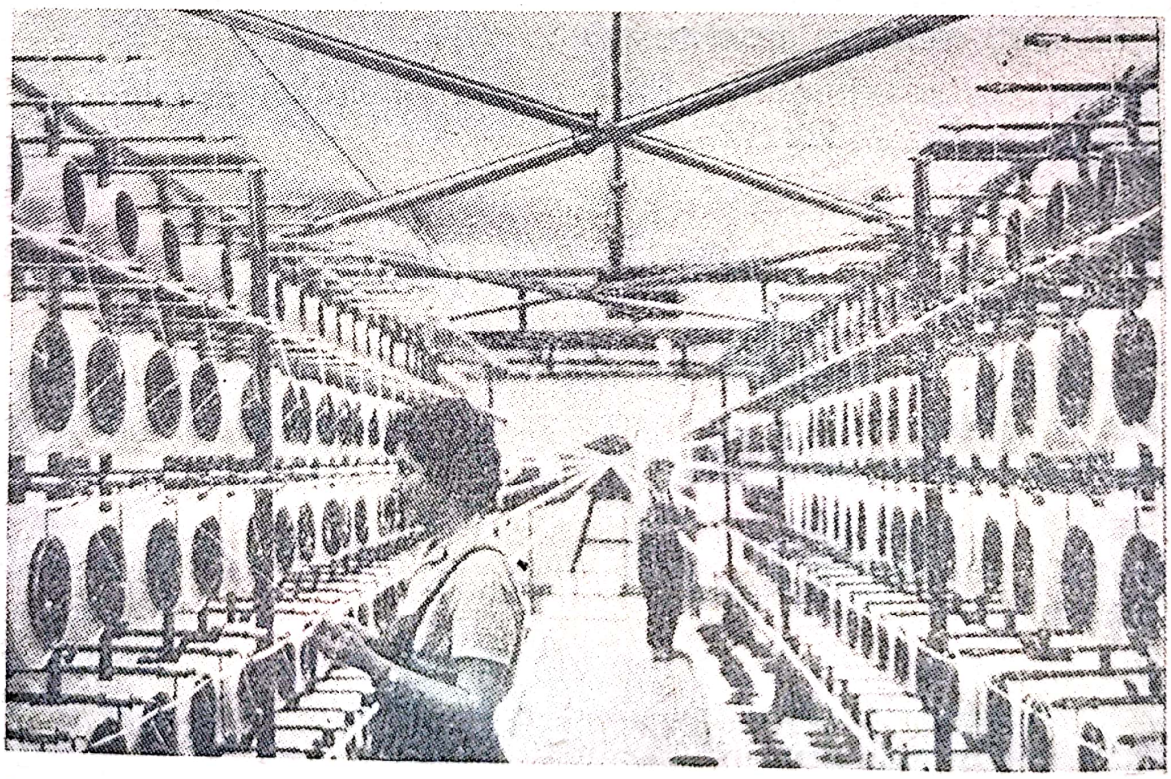


Fig. 79. Gater pentru formarea cablului de fibră.

Scanned with OKEN Scanner

cu apă demineralizată la 90°C, cu adaos de detergent pentru o mai bună pătrundere la extracția monomerului.

La ieșirea cablului din spălător acesta se stoarce și este trecut într-un spațiu de stropire cu soluție de avivare antistatică. Această soluție conține alcool gras sulfatat, ulei de ricin sulfatat și oleat de sodiu, avînd o concentrație de 4—6% în soluție (total componente) și 0,5—0,7% în cablu.

Pentru obținerea unei eficacități mari antistatice, care să asigure prelucrarea fibrelor tip bumbac și a fibrei tip lînă 100%, se folosesc produse antistatice cu proprietăți superioare (produse polietoxilate, esteri organici ai acidului fosforic și baze cuaternare de amoniu etc.).

După avivare, cablul este presat pentru stoarcere și înaintează în uscătorul cu aer cald, unde se usucă la temperatura de 100—120°C, rezultînd un cablu cu 6—8% umiditate.

La ieșirea din uscător, cablul este tras cu un dispozitiv de tragere format din trei valțuri.

Întreaga linie de fabricație este dirijată de la un tablou central de comandă.

În continuare cablul este trecut printr-un dispozitiv de încrețit tip „Crimper" prin presare, într-o cameră de aglomerare cu deschidere programată, obținîndu-se 4—6 încrețiri/cm.

De la încrețire, cablul este colectat în căni, de unde este transportat pentru fixare în autoclavă, cu abur la 120°C, sau printr-o tubulatură cu radiații infraroșii.

După fixare, cablul este alimentat la mașina de tăiat, introducîndu-se la partea superioară între două roți cu fapte cauciucate, de unde ajunge în zona de tăiere a unor cuțite care se rotesc în plan orizontal. Tăierea se face în funcție de sortimentul dorit.

Pentru schimbarea lungimii de tăiere se folosesc diferite fante și număr diferit de cuțite, care sînt schimbate după un tablou în funcție de lungimea dorită.

Fibrele tăiate sînt transportate pneumatic la un desfăcător care le afînează cu ajutorul unor piepteni și tot prin transport pneumatic sub formă de puf este alimentat la presa de balotare unde se formează baloturi de formă paralelipipedică între 150 și 200 kg.

Figura 80 reprezintă presa pentru obținerea baloturilor.

Scanned with OKEN Scanner

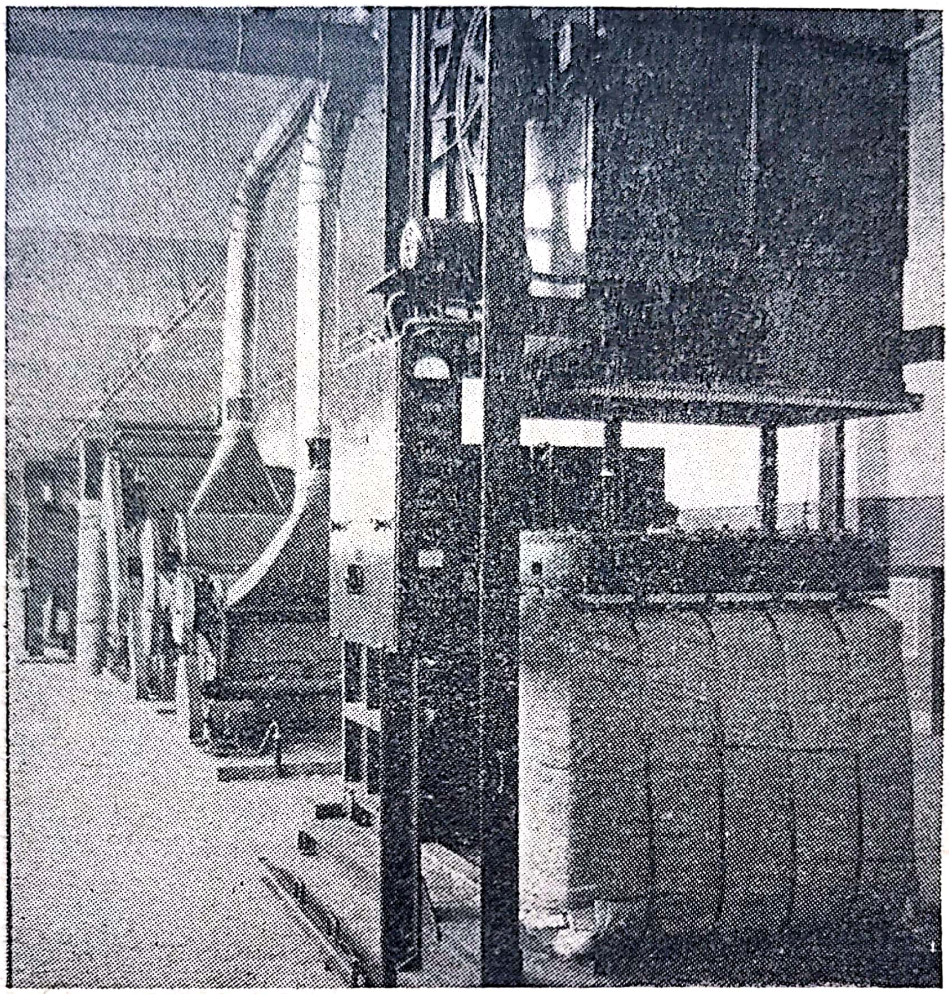


Fig. 80. Presă pentru obținerea baloturilor de fibră.

La această operaţie trebuie să se aibă în vedere următoarele :

— calitatea firului de înfăşurare, pentru derularea perfectă la formarea cablului fără agăţări ;

— capacitatea corespunzătoare de etirare fără a prezenta filamente rupte sau alunecări ;

— antistatizare şi încreţire corespunzătoare ;

— verificarea cuţitelor la intervale scurte şi a camerei de presiune de la Crimper pentru a nu se obţine lungimi multiple prin tăierea incompletă a filamentelor ;

— defecţiuni în aşezarea cablului, şuviţe, ruperi, încurcări, bucăţi de polimeri etc., care produc lungimi multiple şi pot degrada maşinile de tăiat şi maşinile de prelucrare textilă.

În a doua etapă de dezvoltare şi în concepţia instalaţiei de la I.F.S.-Roman s-au adus îmbunătăţiri liniei clasice pentru calitatea fibrei (fig. 81).

Scanned with OKEN Scanner

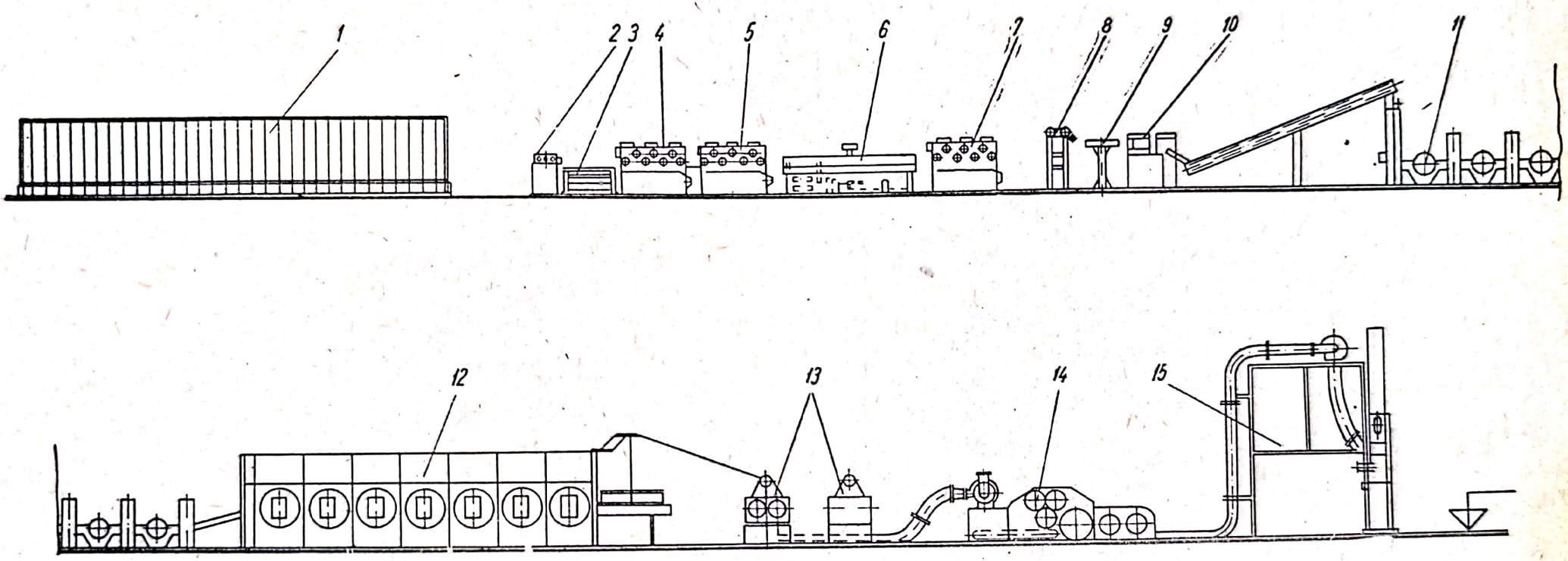


Fig. 81. Linie tehnologică modernă pentru etirare-finisare fibre poliamidice :

1 — rastel bobine (gater) ; *2* — mecanism de alimentare ; *3* — instalație de avivare ; *4* — septet de etirare I ; *5* — septet de tirare II ; *6* — canal de încălzire ; *7* — septet de etirare III ; *8* — dispozitiv pentru reglarea tensiunii de cablu ; *9* — aburitor ; *10* — mașină de încrețit ; *11* — bandă transport, pliere, spălător ; *12* — uscător ; *13* — mașină de tăiat ; *14* — desfibrator ; *15* — presă de balotare

Scanned with OKEN Scanner

2. FIBRE POLIESTERICE

Pentru obținerea fibrelor poliesterice se aplică la filare procedeul modern de colectare a produsului filat sub formă de cablu în căni. Acest sistem poate fi aplicat la toate tipurile de fibră filate din topitură și este mai economic decît depunerea pe bobină. Plecînd de la acest sistem de alimentare, în fazele de prelucrare textilă se aplică următoarele operații, în ordinea fluxului tehnologic pentru fiecare linie în parte :

— înmînuncherea microcablurilor de la filare și formarea benzii (cablu) ;
— tratarea benzii cu substanțe de avivare ;
— etirarea în mai multe trepte ;
— ondularea ;
— fixarea ;
— depunerea ordonată a benzii ;
— tăierea ;
— balotarea.

Pentru realizarea acestor operații se utilizează aparate specifice liniilor de etirare continuă în benzi, pentru fibre sintetice, care sînt montate în linie pînă la sfîrșitul procesului.

Operația de formare a benzii se execută cu ajutorul unui gater special pentru cabluri. Cutiile de la filare, cuprinzînd cablurile depuse într-o formă geometrică pentru a asigura desfășurarea corectă, sînt amplasate sub gatere, pe două rînduri (se mai numesc microcabluri sau microbenzi).

Cablurile din fiecare cană se dirijează prin conducătorii gaterului și se trec în continuare printr-un sistem de separatori (piepteni) care, apropiind toate microcablurile, formează banda de cablu. Banda nou formată este imediat trecută, în continuare, printr-o soluție de preparație care are rolul de a asigura, prin adeziunea microcablurilor, umezirea și gonflarea, capacitatea de etirare și protecția antistatică pe tot fluxul de prelucrare. Imersia benzii se realizează prin două haspele. Soluția de reparație se aplică la 50°C pentru fibre bumbac și lînă și 60—65°C pentru fibră cu proprietăți de piling redus.

Primul grup de șapte valțuri (septet) este organul de tragere al cablului în bandă. Aceasta este de fapt prima mașină care determină viteza de alimentare a benzii pe linia de etirare.

Excesul de preparație din bandă este preluat prin presare cu un valț de cauciuc și returnat parțial în vasul de preparație. Prima

Scanned with OKEN Scanner

etirare are loc între septetul I și septetul II. Raportul de etirare se obține din raportul vitezelor la care funcționează grupul I și II, de 1 : 3,6 și 1 : 4,8. În general, fibra poliesterică se etirează mai greu, opune o rezistență în sens invers față de întinderea aplicată.

Acest proces a fost studiat teoretic și s-a stabilit că la temperaturi de peste 80°C tensiunea de etirare scade foarte mult, de aceea etirarea se aplică la cald. Temperatura optimă de etirare este legată de structura polimerului. De asemenea, umiditatea favorizează diminuarea efortului de etirare.

Pentru asigurarea parametrilor optimi de aplicare a etirării între cele două septete, cablul este trecut printr-un dispozitiv de aburire la temperatura de 90°C în mediu, iar la fante aburul este de 180—195°C.

Valțurile celor două grupuri de etirare sînt încălzite cu abur la 110—120°C. În aceste condiții etirarea se face corespunzător.

După etirare, numai în cazul fibrelor tip bumbac de 1,2 și 1,3 den, banda este fixată prin contactul sub întindere cu o suprafață curbă încălzită (numită în practică mașina de călcat) la o temperatură a plăcii de 140°C, realizată prin încălzire cu agent termic.

Banda de cablu fiind uscată după mașina de călcat se retratează cu preparații și este în continuare preluată de al treilea grup de septete, în funcție de tipul de fibră care se prelucrează :

— La fibra bumbac se aplică a doua etirare, prin funcționare cu o viteză mai mare a septetului III față de grupul II. Valțurile sînt încălzite la 110—120°C. Această a doua etirare este necesară pentru reducerea alungirii fibrei tip bumbac.

— Pentru fibra tip lînă grupul III funcționează cu aceeași viteză ca și grupul II fără etirare și transportă cablul aplicînd o uscare la 110—120°C.

La ieșirea cablului din grupul II se aplică un sistem de hașpele pentru îngustarea benzii corespunzător cu lățimea necesară pentru a intra în mașina de încrețit. Încrețirea se produce prin presare mecanică (prin comprimare) în mașini tip Crimper obișnuite, pentru toate fibrele sintetice.

Valțurile de comprimare sînt răcite cu apă. Valțurile de comprimare presează banda în camera de încrețire.

Pentru îmbunătățirea efectului de încrețire și stabilirea acestuia, cablul este vaporizat la intrarea în mașina de comprimare.

Parametrii de încrețire se stabilesc în funcție de valoarea ondulației cerută. Presiunea mare de comprimare conduce la încre-

Scanned with OKEN Scanner

țire măruntă cu număr mare de ondulații, în timp ce presiunea mică conduce la încrețire grosieră cu număr mic de ondulații.

Presiunea la valțuri este de 1 600 kgf/cm^2, iar presiunea din camere este de 250 kgf/cm^2, temperatura de 70°C.

Fibra tip in se cere a fi lipsită de ondulații, în care caz nu mai este necesară trecerea cablului prin această mașină.

În continuare, pentru stabilizarea fibrei prin eliminarea tensiunilor interne datorite etirării, se aplică un tratament termic de fixare, în proces continuu, prin trecerea cablului printr-un canal de fixare.

Transportul cablului prin canalul de fixare se face pe o bandă de transport pe care cablul este așezat în stare relaxată, pentru a permite contractarea fibrei cu o valoare de 12—15%.

Canalul de fixare este încălzit la jumătatea inferioară cu agent termic și împărțit în mai multe compartimente. În fiecare compartiment se face cu abur supraîncălzit suflat prin duze dispuse de-a lungul canalului de fixare.

Temperatura de fixare este de 150—165°C, iar timpul de staționare de 40—50 s.

În continuare, la ieșirea din tubul de fixare, prin intermediul unui depunător pendular, cablul este depus în containere.

În această fază se face și selecția calitativă a cablului. O parte din acest cablu depus în containere se poate alimenta la mașinile de transformare în pale (cazul fibrei tip lînă).

În cazul cînd se urmărește livrarea sub formă de cablu acesta este alimentat direct, prin intermediul depunătorului, în cutii de carton (80—90 kg) și formează unitatea de ambalaj.

Fibrele scurte se obțin prin tăierea cablului rezultat de la mașina de fixare cu ajutorul mașinilor de tip Gru-Gru.

Mașina de tăiat funcționează cu roți cu fante, și pe orizontală se rotesc cuțitele fixate pe portcuțit.

Numărul de cuțite, viteza cuțitelor și numărul fantelor pe discurile cu fante determină lungimea de tăiere a fibrei.

Fibrele tăiate sînt transportate pneumatic la presa de balotare.

Baloții de fibră, în greutate de circa 200 kg, sînt protejați cu polietilenă, pînză de iută și fier balot.

Prelucrarea textilă pentru obținerea fibrelor scurte poliesterice se face după principiul aplicat la fibrele poliamidice, cu mențiunea că proprietățile specifice polimerului și tipul de fibră (lînă sau bumbac) necesită unele diferențe constructive, faze suplimentare și alți parametri (fig. 82).

Scanned with OKEN Scanner

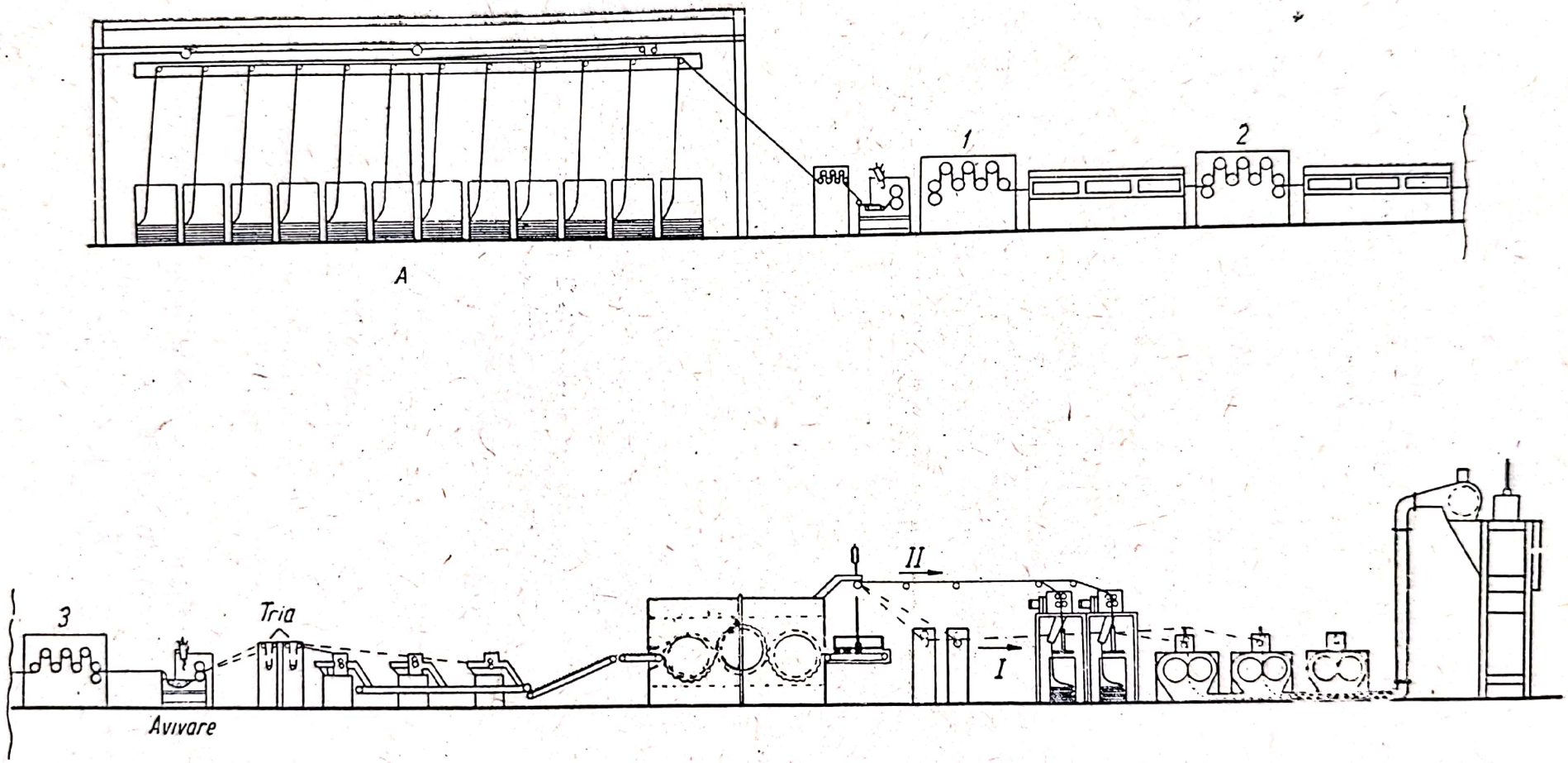


Fig. 82. Linie tehnologică pentru etirare-finisare fibre poliesteri de tip lînă (schema de principiu):
A — formarea cablului din căni ; *1, 2, 3* — grupuri de etirare septete și zone de fixare între grupurile de etirare ; avivare, fixare-încreţire, tăiere și balotare.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul XI

SORTIMENTE DE FIRE ȘI FIBRE ȘI DOMENII DE UTLIZARE

În ultimele decenii, în industria textilă, tehnologia a trecut prin mai multe etape, de la fibrele naturale pînă la fibrele sintetice, care sînt în plină dezvoltare.

Proprietățile fibrelor sintetice fiind deosebite de ale fibrelor naturale și artificiale există posibilitatea de obținere a unor caracteristici noi în produsele finite, prin folosirea amestecurilor de fire și fibre, care pot să ducă la rezultate deosebite față de folosirea fibrelor unitare.

Pentru a se putea preciza posibilitățile de utilizare, este bine să se cunoască proprietățile fiecărui produs în parte și sortimentele care se pot realiza.

Pentru a se stabili gradul de utilizare a unui produs textil, se iau în considerare modul de prezentare exterioară, confortul și durabilitatea.

Prin *mod de prezentare exterioară* se înțelege : aspectul, păstrarea formei, rezistența la șifonare, stabilitatea dungii, păstrarea coloritului și toată gama de proprietăți legată de aspectul materialului.

Prin *confort* se înțelege ușurința de curățire și întreținere, comoditate la purtare, izolare termică, permeabilitate.

Durabilitatea reprezintă comportarea produsului textil față de toți factorii de uzură, deteriorări prin roadere, degradare, spălare, distrugerea prin putrezire, frecare etc.

Făcînd în linii mari o împărțire a utilizărilor fibrelor sintetice rezultă.

Pentru îmbrăcăminte sînt utilizate următoarele :

— fire filate din fibre poliacrilonitrilice sau poliesterice normale, sau în amestec cu fibre poliacrilonitrilice contractabile pentru pulovere, jachete, blănuri, stofe ;

— fire polifilamentare poliamidice, cu structură modificată prin texturare, pentru pulovere, jachete, articole de sport, ciorapi, cămăși bărbătești etc. ;

— fire polifilamentare poliamidice de diferite finețe pentru tricoturi plușate, lenjerie, ciorapi etc. ;

— fire poliacrilonitrilice în amestec cu lînă sau deșeuri de mătase naturală ;

Scanned with OKEN Scanner

— fire filate din fibre sintetice în amestec cu fibre artificiale pentru stofe și țesături diferite ;

— fire filate din fibre artificiale în amestec cu fibre naturale pentru stofe și țesături diferite ;

— fire artificiale continue, polifilamentare, de diferite finețiți pentru țesături, tricotaje, lenjerie etc.

Firele polifilamentare poliesterice texturate au cunoscut în ultimii ani o mare ascensiune în domeniul tricotajelor pentru îmbrăcăminte exterioare și pentru stofe.

Firele poliamidice și poliesterice tehnice se extind în continuare din ce în ce mai mult. Firele tehnice poliamidice au prioritate în domeniul producției de anvelope, benzi, plase pescărești, filtre.

Etapa pe care o parcurgem acordă prioritate sortimentelor destinate decorării locuințelor și edificiilor. Pentru asigurarea bunurilor de larg consum se acordă atenție la stabilirea profilului instalațiilor de fire și fibre astfel :

— firele poliesterice pentru perdele, domeniu în care vor intra și fibrele acrilice ;

— fire poliamidice texturate pentru stofe de mobilă și covoare ;

— amestecuri de fibre acrilice, poliamidice și poliesterice, fire simple sau amestec în stofe de mobilă ;

— fibre acrilice și poliamidice în blănuri, plușuri, pleduri ;

— fibrele polipropilenice se vor extinde pentru filtre chimice și articole de tapițerie pentru vagoane, autobuz etc.

— În ultimii ani s-au extins cerințele pentru fire monofilamentare poliamidice de 40—50 și 60 den, necesare realizării sitelor tehnice fine.

În continuare sînt prezentate cele mai importante aspecte din fabricarea sortimentelor de fire și fibre mai reprezentative pentru industria prelucrătoare, pentru consumatori și pentru economie în ansamblu.

A. FIRE CONTINUE NORMALE

1. FIRE MONOFILAMENTARE

Firele monofilamentare de finețe 10/1, 15/1, 18/1, 20/1 den (numărătorul reprezintă grosimea firului în den, numitorul, numărul de filamente din fir) sînt, în general, destinate ciorapilor și în mai mică măsură tricoturilor și țesăturilor. Uneori, datorită rezis-

Scanned with OKEN Scanner

tenței mari, sînt folosite ca suport în diferite articole, însă, datorită aspectului transparent al articolelor din fire monofilamentare 100%, au început să fie mai puțin folosite în acest scop.

Firele monofilamentare se folosesc direct de la operația de etirare, fără tratamente umede și termice. Se pot obține monofilamente din toate firele filate din topitură. În țara noastră, pînă în prezent se lucrează industrial fire monofilamentare din poliamida 6 (relon).

În ultimii ani se manifestă interesul pentru extinderea unor monofilamente poliamidice supraetirate la cald de 40, 50, 60 den pentru site fine destinate industriei alimentare, imprimării, cosmeticii etc. și pentru ață incoloră necesară confecțiilor după metodele actuale de lucru. Se lucrează pentru satisfacerea acestor extinderi.

2. FIRE POLIFILAMENTARE

Firele polifilamentare sînt firele alcătuite dintr-un fascicul de filamente, numărul lor fiind determinat de procesul de filare și de destinația în prelucrare.

Se obțin fire polifilamentare atît în cazul polimerilor filați din soluție, cît și în cazul filării din topitură.

După finețe se deosebesc sortimentele :

— pentru fire viscoză : 45/12, 60/18, 70/18, 100/40, 150/50, 200/50 den ;

— pentru fire poliamidice și poliesterice : 20/3, 30/10, 30/6, 30/2, 40/8, 40/12, 60/12, 60/20, 70/20, 70/30, 100/20, 100/30, 210/34 den etc.

Firele continue polifilamentare sînt utilizate în țesături și tricotaje. Sortimentele alcătuite din filamente cu diametrul mai mic duc la materiale finite cu suplețe mai bună, iar cele cu filamente mai groase sînt mai rigide, însă prezintă mai mare rezistență la operațiile de prelucrare, ceea ce impune o alegere judicioasă a tipului de fir, în funcție de condițiile de lucru și destinație. Din sortimentele de finețe date de filatură se pot executa, în partea de prelucrare textilă, numeroase sortimente de torsiune și contracție care pot imprima anumite proprietăți materialului textil.

După gradul de contracție se obțin, numai pentru cazul polimerilor sintetici, care în funcție de condițiile de termofixare și de natura polimerului prezintă fenomene de contracție accentuate (care pot fi valorificate creîndu-se efecte în produsele textile) următoarele sortimente :

Scanned with OKEN Scanner

— fire netratate termic (contractabile), cu 13—15% contracție reziduală ;

— fire tratate cu apă la 40°C și uscare liberă (parțial contractabile), cu 10—11% contracție reziduală ;

— fire tratate termic la 85—90°C (semicontractate), cu 5—7% contracție reziduală ;

— fire tratate termic la 120—125°C (total contractate), cu 1—2% contracție reziduală.

Pentru evitarea amestecării lor în procesul de fabricație, fiecare sortiment se marchează cu coloranți fugaci.

Caracteristicile diferitelor sortimente din producția de fire poliamidice relon sînt exemplificate la cap. VI.

După gradul de torsiune se deosebesc sortimentele :

— fire fără torsiune ;

— fire cu torsiuni mici (80—250 rot/m) ;

— fire cu torsiuni medii (250—500 rot/m) ;

— fire cu torsiuni mari (500—800 rot/m) ;

— fire supratorsionate (1 000—2 500 rot/m), care se mai numesc *„fire crep“*. La toate aceste sortimente se ia în considerare și sensul torsiunii, „S“ sau „Z“.

Valoarea nominală a torsiunii se păstrează în practică în limite strînse (variația maximă $\pm 7{,}5\%$), întrucît influențează aspectul, rigiditatea, desimea, tensiunile în prelucrare și vopsirea materialelor.

Operația de răsucire, care, în principal, se aplică firelor polifilamentare pentru asigurarea prelucrabilității în industria textilă, este neeconomică. Realizarea acestor sortimente implică un număr mare de utilaje, manoperă, consum de energie ridicat.

Creșterea capacităților de producție a firelor sintetice a impus specialiștilor găsirea unor soluții care să diminueze pe cît posibil costurile acestei operații prin alte tehnologii. Aceste posibilități au fost adoptate și la noi, și anume :

— folosirea firelor polifilamentare cu torsiune redusă 100—200 t/m, netratate umido-termic, utilizînd mașinile de dublă torsiune ;

— fabricarea firelor polifilamentare „rotosetate“ (fără torsiune).

Firele polifilamnetare „rotosetate“. Preocuparea continuă pe plan mondial de reducere a costurilor tehnologice de fabricație a condus la simplificarea și eliminare unor faze nerentabile din procesele clasice.

Scanned with OKEN Scanner

Astfel, în perioada 1962—1964 a apărut tehnologia „rotoset" care este corespunzătoare pentru anumite destinaţii şi care s-a demonstrat avantajoasă, economică şi se extinde în continuare.

Această operaţie de „rotosetare" elimină, pentru unele utilizări, faza de răsucire, care în funcţie de valoarea torsiunii afectează în medie cu circa 30% costurile de fabricaţie.

Operaţia se aplică pe maşina de etirare, după realizarea etirării, preliminar depunerii firului pe bobină sau cops. Dispozitivul de rotosetare este o duză de construcţie specială montată în spaţiul dintre etirare şi cops.

Prin insuflarea de aer comprimat cu parametri speciali prin această duză, peste firul în trecerea sa, se realizează la intervale încîlcirea filamentelor, formînd puncte de adeziune numite *„noduri labile"*.

În funcţie de parametrii de rotosetare şi de utilizarea firului se produce tipul de fire cu 8—10 noduri/m sau cu 20 noduri/m etc.

Se numesc *labile* pentru că în procesul de finisare al materialului ţesut, nodurile dispar, se desfac, ele îndeplinind numai rolul de protecţie a firului în prelucrare.

Prin aceasta se elimină mai multe operaţii (răsucire, fixare, bobinare, canetare), firele fiind dirijate direct de la maşina de etirat la urzire sau ţesire.

În produsul finit eliminarea torsiunii conferă o suplеţe superioară ţesăturilor obişnuite la aceeaşi contextură şi un aspect deosebit, mai omogen.

În R. S. România acest procedeu se aplică din 1975, la C.F.S. Săvineşti, extinzîndu-se ulterior şi la C.F.S. Iaşi.

Prin această tehnologie s-a redus valoarea de investiţii şi s-au creat capacităţi de răsucire pentru sortimentele textile speciale, care nu pot fi realizate decît din fire cu torsiuni mari.

Firele rotosetate sînt deosebit de apreciate, în special pentru prelucrarea în industria textilă pe războaiele hidraulice care funcţionează fără suveică.

B. FIRE TEXTURATE

Firele sintetice, în general, prin natura lor, datorită aşezării paralele şi compacte a filamentelor, capacităţii slabe de absorbţie a umidităţii, tuşeului alunecos şi rece prezintă unele deficienţe la purtare, care ar limita utilizările.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru înlăturarea acestor deficienţe s-au făcut numeroase încercări şi, pe baza proprietăţilor termoplastice ale polimerilor sintetici, s-au stabilit procedee care să permită modificarea stabilă a firelor, îmbunătăţindu-se caracteristicile menţionate, crescînd considerabil valoarea lor de utilizare.

Noţiunea de fire „texturate" este răspîndită în ultimii 15 ani şi se referă la firele obţinute din filamente continue, care în urma unui proces tehnologic ,aplicat special, îşi modifică structura, în sensul că filamentele sînt îndepărtate între ele, realizîndu-se o creştere de volum, care produce efecte superioare, pentru utilizarea produselor la purtare. Procedeul prin care se conferă firelor continue proprietăţi noi de creştere a volumului aparent, extensibilitate, capacitate de izolare termică, opacitate, tuşeu şi aspect plăcut pe baza termoplasicităţii polimerului de construcţie se numeşte *texturare*.

După principiul de texturare se deosebeşte texturarea aplicată în lungul axului principal al firului, prin operaţii de prelucrare textilă ulterioară filării, spre deosebire de texturarea prin modificarea secţiunii filamentelor în timpul filării, care este un caz special şi se tratează separat.

În prezent, texturarea se aplică industrial, în mod curent, firelor poliamidice, poliesterice, policlor-vinilice, acetatului de celuloză şi polipropilenice.

Firele texturate, obţinute pe baza termoplasticităţii polimerului, se împart în două categorii principale :

— fire supraelastice, care au extensibilitate mare la valori pînă la 400% ;

— fire voluminoase, care au extensibilitate mai mică şi voluminozitate mare.

1. FIRE SUPRAELASTICE

Pentru obţinerea firelor texturate, în general, sînt cunoscute şi aplicate industrial mai multe procedee, care după principiul de bază se clasifică în :

— texturate prin torsionare ;
— texturate prin comprimare ;
— texturate prin deformare (spiralizate) ;
— texturate prin buclarea filamentelor.

Principiul tehnologic de texturare după aceste patru procedee poate fi aplicat în diferite moduri, în funcţie de detaliile construc-

Scanned with OKEN Scanner

tive ale mașinii care diferă de la un producător la altul, obținîndu-se numeroase tipuri de fire pentru același principiu de texturare, iar firele rezultate nu sînt identice chiar pentru parametrii similari.

Primul procedeu de texturare prin torsionare, aplicat, se numește *procedeul clasic Helanca*. Operația de texturare se realizează, conform acestui procedeu, pe mașinile de răsucit obișnuite și necesită următoarele faze :

— răsucirea firului pînă la torsiunea de 3 000 răs/m, în mai multe trepte ;

— termofixarea acestei supratorsionări în autoclave cu vapori la 120—130°C, timp de 60—80 min ;

— rebobinarea firului fixat pe bobine cu disc, pentru a se putea din nou monta la mașina de răsucit ;

— dezrăsucirea pe mașina de răsucit, prin schimbarea sensului, pînă la anularea torsiunii inițiale, în mai multe trepte ;

— o jumătate din cantitate este prelucrată în sensul „S“ și altă jumătate în sensul „Z“ al firului, pentru ca în final să se poată dubla firul pentru echilibrarea tensiunilor create prin aceste operații.

Dublarea se realizează prin răsucirea a două fire componente la torsiune finală de circa 100 răs/m. Pentru a se obține un fir bine echilibrat, unuia din firele componente la dezrăsucire i se aplică un număr de torsiuni suplimentare față de punctul de nul, pentru ca la dublare să se obțină un fir echilibrat cu răsucirea calculată.

Datorită fixării termice, după operația de supratorsionare, se obțin, după detorsionare, ondulații stabile care permit întinderea firului și revenirea lui elastică.

Capacitatea de întindere a firului devenit „supraelastic“ se numește *alungire potențială*.

Valoarea alungirii potențiale (maximală) este dependentă de torsiunea aplicată, de temperatura de fixare a torsiunii, iar modificarea acestor parametri este sursa de obținere a diferitelor valori pentru firul texturat.

Procedeul clasic, descris mai înainte, prezintă inconvenientul că necesită multă manoperă, număr mare de faze (minimum zece), iar omogenitatea texturării nu este perfectă, tocmai din cauza factorilor care pot influența pe parcursul operațiilor.

Pentru aceste motive, procedeul este complet abandonat.

În prezent se aplică procedeul de texturare prin torsiune falsă, (fig. 83), care are avantajul că toate operațiile se execută într-o singură fază, și se bazează pe următorul principiu : un fir fixat

Scanned with OKEN Scanner

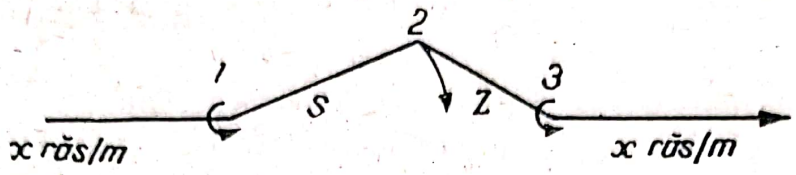


Fig. 83. Schema de principiu a răsucirii false.

între două puncte de sprijin, la care se aplică torsionare în mijloc între cele două puncte, primește o torsiune pe porțiunea *1—2* și o torsiune egală și de sens contrar în porțiunea *2—3,* astfel, putîndu-se face răsucirea și dezrăsucirea într-o singură operație.

Dacă se aplică în prima treaptă de torsionare un tratament termic pentru fixarea ondulațiilor rezultate în sensul „S", prin dezrăsucirea în zona următoare, se anulează torsiunea primită (sensul „Z") și se formează ondularea permanentă însoțită de creșterea volumului. În continuare, firele obținute se dublează și se bobinează, sau se transformă în sculuri, după forma de livrare dorită.

Un asemenea procedeu este foarte avantajos din punct de vedere economic și calitativ, obținîndu-se un fir cu omogenitate și proprietăți superioare, prin minimum de operații.

Acest procedeu este aplicat în întreaga industrie de fire sintetice din lume, prin utilizarea numeroaselor tipuri de mașini existente, care prin construcția lor realizează în diferite moduri principiul tehnologic explicat mai înainte.

Mașina FT (realizată de firma Franceză ARCT) a fost utilizată la Combinatul de fibre sintetice Săvinești cu rezultate bune. Alimentarea mașinii cu fire normale se face direct de pe copșurile de etirat, iar printr-un dispozitiv de egalizare a tensiunii și apoi printr-un dispozitiv debitor se antrenează firul. În continuare firul este trecut printr-un cîmp de încălzire unde are loc fixarea torsiunii în zona de torsionare. Contactul uniform cu suprafața de încălzire, în interior, este asigurat prin construcția curbată a elementului de încălzire.

La ieșirea din cîmpul de încălzire introdus printr-un conducător, firul este trecut printr-un mic dispozitiv, format din două baghete încrucișate, și în continuare prin broșă (fusul de răcire), care este antrenată de o curea cuprinzînd mai multe locuri de texturare. La ieșirea din broșă, firul este transportat la un sistem debitor, similar cu cel preliminar cîmpului de încălzire și apoi este depus pe bobine.

Scanned with OKEN Scanner

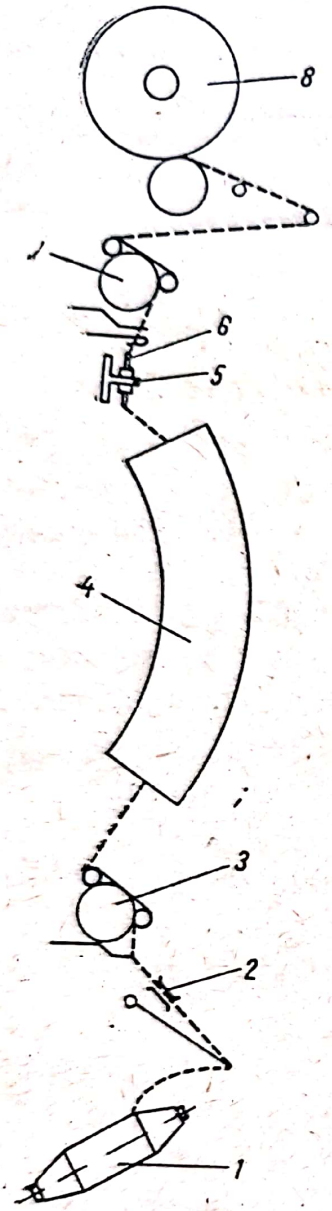


Fig. 84. Principiul de funcţionare a maşinii FT:

1 — cops de alimentare; *2* — dispozitiv de tensionare cu disc; *3* — dispozitiv de debitare; *4* — cîmp de încălzire; *5* — crosa sau fusul pentru torsiune falsă; *6* — curea de antrenare; *7* — dispozitiv de debitare; *8* — bobina de recepţie a firului texturat.

În fig. 84 este reprezentată schema de principiu a maşinii FT.

Fusul sau broşa este partea esenţială a maşinii de texturat. Defectarea fuselor duce la modificarea caracteristicilor firelor rezultate, prin nerealizarea torsiunii false stabilite. Verificarea funcţionării fuselor şi înlocuirea celor defecte la timp este o grijă permanentă în deservirea maşinii. Turaţia la care lucrează aceste fuse este mult mai mare decît la maşinile normale de răsucit, de minimum 70 000—80 000 răs/min, ceea ce determină productivitatea maşinii.

În ultimii ani, maşina FT a fost modificată în sensul că s-au construit fuse pentru viteze mari, mai simple, care măresc capacitatea de producţie.

Maşina modificată FT 400 are o viteză de lucru a broşelor de 400 000 rot/min.

În fig. 85 se prezintă schema de principiu a maşinii FT 411 din dotarea instalaţiei Relon III. În prezent se cunosc tipuri de maşini care funcţionează cu 1 milion rot/min.

Această maşină lucrează cu un tip de fus de dimensiuni mici, care este antrenat magnetic la şaiba care transmite mişcarea prin fricţiune. Construcţia acestui tip de fus este simplă şi are avantajul de a fi uşor înlocuit.

Reglarea temperaturii cîmpului de termofixare este un parametru esenţial, întrucît determină valoarea de texturare şi nu se permit variaţii mai mare de $\pm 2°C$. Aceasta se realizează prin termometre regulatoare.

Temperaturile se pot citi pe tablou de control al maşinii, succesiv pentru toate grupele de încălzire. Este indicat să se verifice temperaturile cu ajutorul unor pirometre etalon, la intervale utile, pentru a se evita modificarea calităţii producţiei prin dereglarea temperaturii.

Maşina FT are 216 broşe (fuse) împărţite în şase cîmpuri de încălzire pe ambele părţi ale maşinii.

Scanned with OKEN Scanner

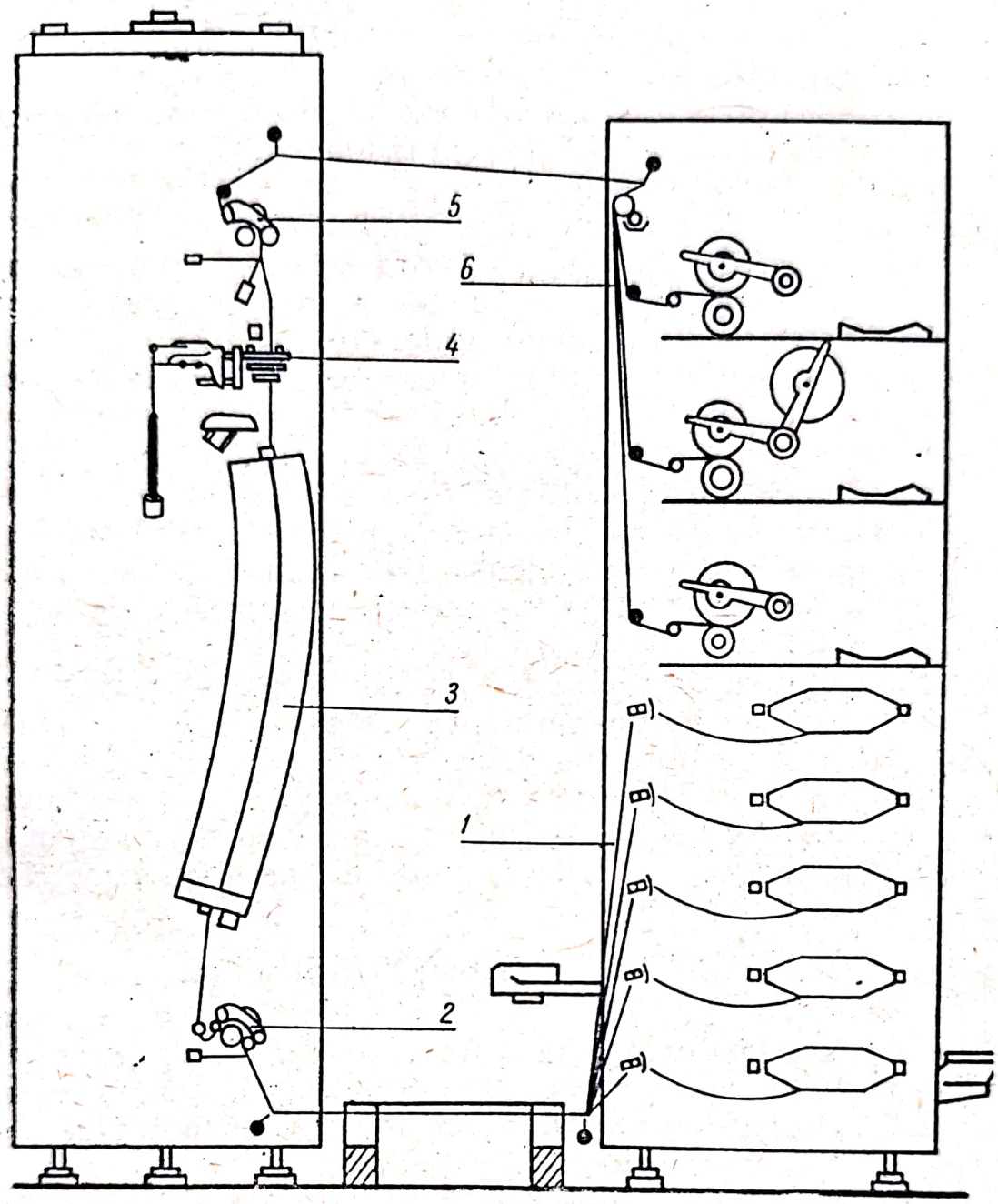


Fig. 85. Schema de principiu a maşinii FT-411 :

1 — alimentare cu rezerve ; *2* — prima debitare ; *3* — cîmp de încălzire ; *4* — broşă magnetică de falsă torsiune ; *5* — a doua debitare ; *6* — recepţia firelor.

O maşină are mişcarea în sensul „S“ ar altă maşină în sensul „Z“, pentru ca la dublare să se obţină fir echilibrat.

Capacitatea teoretică a maşinii FT se calculează în funcţie de finețea firului şi este constantă numai pentru un anumit fir şi parametri de lucru constanţi ; în medie se obţine o producţie de circa 40 kg/24 ore, pentru fir de 70 den.

Parametrii de bază utilizaţi pentru obţinerea firelor supraelastice pe maşinile FT sînt :

Scanned with OKEN Scanner

— valoarea torsiunii false, aplicate, 3 075 răs/m pentru 70 den ;
— temperatura de termofixare la texturare 165°C ;
— tensiunea în stare termoplastică reprezentînd diferența de viteză între alimentarea și prelucrarea firului, 2,2% ;
— turația fuselor, 70 000 rot/min.

Operația se execută numai într-un mediu cu climat de 60—65% umiditate și 21—22°C temperatură. Acești parametri nu sînt valori absolute și se stabilesc în funcție de caracteristicile solicitate pentru fir, finețea firului și alte considerente.

Proprietățile firelor texturate supraelastice care le diferențiază de firele obișnuite sînt :

— scăderea rezistenței cu circa 20%, datorită operațiilor mecanice, termice, pe care le suportă firul, ajungîndu-se la o valoare suficientă pentru prelucrare, de minimum 3,5 g/den sau 31,5 g/tex ;
— alungirea scade, de asemenea, față de firul inițial de alimentare, valoarea alungirii inițiale influențînd și gradul de texturare obținut în final.

Pentru calitatea tricotului rezultat din firele supraelastice, mai sînt importante valorile de contracție a firului la fierbere, măsurat tot prin diferența de lungime după relaxare, înainte și după fierbere, și gradul de echilibrare a torsiunilor care se determină prin numărul de rotații a firului cu ajutorul unui dispozitiv sistem „pendul giroscopic", pînă la anularea tensiunii de torsionare din fir.

2. FIRE VOLUMINOASE

Firele voluminoase cuprind toate tipurile de fire texturate care au voluminozitate mare și extensibilitate mică. Ele sînt foarte avantajoase și în prezent se extind foarte mult datorită faptului că se pretează atît la tricotaje, cît și la țesături.

În țara noastră s-au introdus în fabricație două tipuri de fire voluminoase și pentru viitor se prevede dezvoltarea lor :

— fire voluminoase obținute pe mașina FTF ;
— fire voluminoase astralizate, obținute pe mașini Scrägg.

Mașina FTF este o modificare a mașinii normale de fire supraelastice. Principiul acestei mașini se bazează pe obținerea într-o primă fază a unui fir supraelastic prin principiul torsiunii false (FT), urmat de reducerea extensibilității cu creșterea voluminozității în a doua treaptă.

Prin modificarea parametrilor principali ai mașinii se pot obține diferite tipuri de fire voluminoase, inclusiv fire supraelastice. Schema de principiu a mașinii FTF este reprezentată în fig. 86.

Scanned with OKEN Scanner

Parametrii principali ai mașinii FTF și valorile optime stabilite pentru un fir de 110 den sînt :

— torsiunea falsă 2 300 răs/m ;
— temperatura cîmpului de termofixare $t_1 = 160°C$;
— temperatura cîmpului de termofixare $t_2 = 170°C$;
— diferența între viteza de alimentare și treapta I 2,2% ;
— diferența între viteza de preluare I și II 8%.

Pe mașinile Scrägg se obțin firele voluminoase numite *Relontex*. Mașina prezintă avantajul de a avea un proces tehnologic prescurtat și deservire simplă, obținîndu-se valoarea de voluminozitate numai din temperatura de termofixare *(t)* și torsiunea falsă stabilită în funcție de finețea firului.

Spre deosebire de mașina FTF, pe mașinile Scrägg firul nu este supus la două trepte de texturare ,procesul fiind similar cu obține-

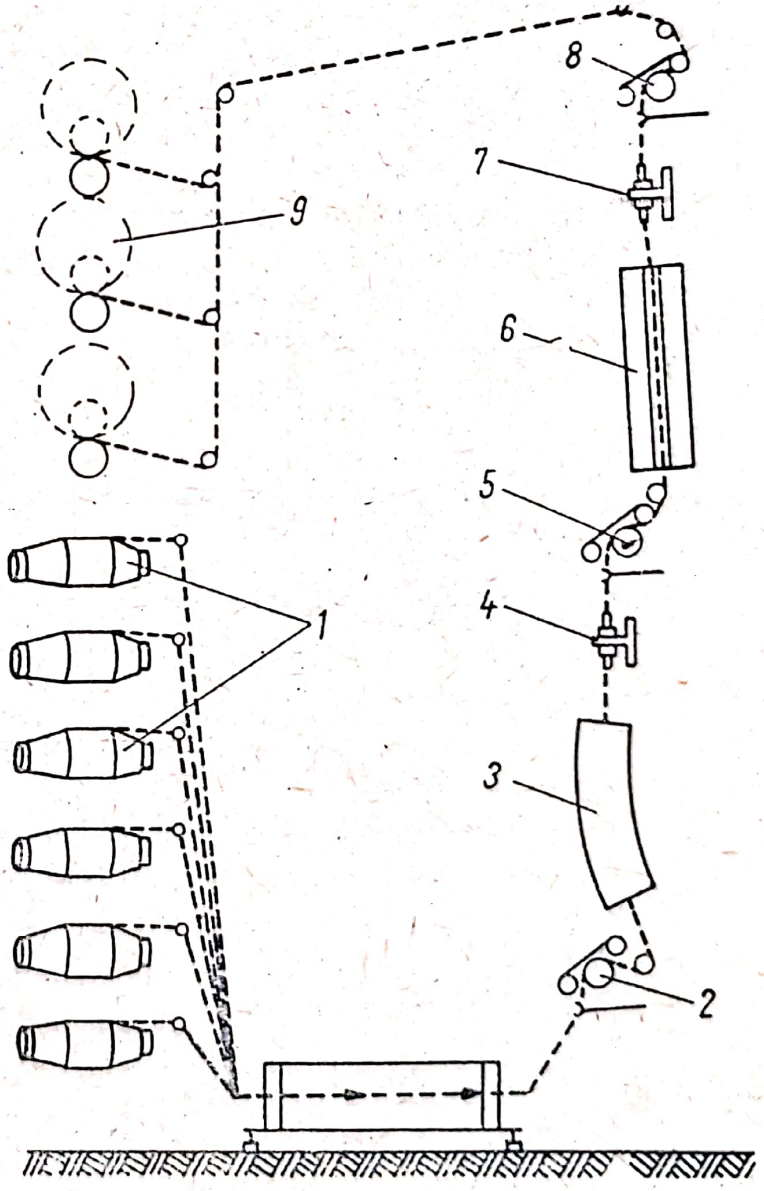


Fig. 86. Principiul de funcționare a mașinii FTF :

1 — suport pentru copsuri de alimentare ; *2, 5, 8* — role de debitare ; *3* — cîmp de încălzire (termoficare I) ; *4, 7* — broșe sau fuse de torsiune falsă ; *6* — cîmp de încălzire (termoficare II) ; *9* — bobine de recepție a firului texturat.

Scanned with OKEN Scanner

rea firelor supraelastice. Parametrii principali stabiliți pentru firele Relontext, la finețea de 100/20 den, sînt :

— valoarea torsiunii falsă aplicată, 2 362 răs/m ;
— temperatura de texturare, 131°C ;
— tensiunea de răsucire și de fixare, 21% ;
— tensiunea de înfășurare, 5%.

La acestea se adaugă parametrii de la fixarea bobinelor după texturare și de la vopsire.

Mașinile pentru Relontex se alimentează cu fire normale de 100/20 den, pe copsuri preluate direct de la etirare.

Un avantaj deosebit al acestui procedeu este faptul că bobinele rezultate de la mașina de texturat sînt termofixate într-o autoclavă, la temperaturi cuprinse între 110 și 120°C, operație prin care se anihilează tensiunile interne, obținîndu-se un fir perfect echilibrat, care are o desfășurare constantă în prelucrarea textilă.

Spre deosebire de firele obținute pe mașina FTF, la care nu există această fază, firul rezultat este dificil de prelucrat, datorită tendinței de formare a cîrceilor la derulare.

Procedeul de obținere a firelor Felontex este completat cu o fază de vopsire care se execută într-o instalație specială. Vopsirea se face sub presiune asupra firelor depuse sub formă de manșoane, protejate cu un tricot de bumbac rar, după care urmează uscarea și operația de dublat, care se execută pe o altă mașină.

De la mașina de dublat, firul este bobinat cu uleiere antistatică pe bobine conice. Se pot face multiplicări după necesități. Cele mai frecvente fire Relontex sînt : 100/20×1, 100/20×2 ; 100/20×4, livrate în diferite culori, după comenzile beneficiarilor.

3. OBSERVAȚII PRINCIPALE DE CALITATE PRIVIND OBȚINEREA ȘI PRELUCRAREA FIRELOR TEXTURATE

Pentru obținerea și prelucrarea firelor texturate se pot face următoarele observații.

— Firele texturate sînt foarte sensibile la acțiuni mecanice și la toate diferențele de tensionare sau contracție pe care le suferă la păstrarea lor pe tuburi conice.

— Neuniformitățile de orice categorie produc defecțiuni în tricot, dungi și aspecte neregulate.

— Problema egalizării tensiunilor pe toate fazele este importantă atît la producerea firelor cît și la obținerea tricoturilor.

— Prelucrarea firelor texturate în mediu neclimatizat produce defecte în tricoturi și țesături ; după finisare pot apărea defecte

Scanned with OKEN Scanner

de desime, de torsionare a tricoturilor, contracții variabile etc. Un fir texturat menținut sub tensiune în mediu uscat își pierde aparent proprietățile de texturare și le pune în evidență în mod diferit după finisare, producînd defecte care nu mai pot fi remediate.

— Densitatea de bobinare a firelor texturate trebuie să fie redusă pentru a se obține bobine moi, însă suficient de dese pentru a păstra firul fără ondulații în timpul trecerii la sistemul de tricotare. După tricotare produsele sînt depozitate pentru relaxare.

— Păstrarea firelor supraelastice pe sculuri și nu pe bobine are avantajul de a menține firul în stare relaxată, păstrînd toate caracteristicile de texturare nemodificate.

— Sculurile se pot vopsi în prealabil operației de tricotare, se pot realiza modele speciale, procedeu care este aplicat și la noi. Parametrii de bază ai mașinii de texturat trebuie menținuți și controlați.

— Nu este permisă răsucirea unui fir texturat cu unul simplu din neglijență, sau răsucire a două fire cu același sens de torsiune din care rezultă un fir neechilibrat.

— Nu sînt permise obținerea neuniformă a texturării, puncte de intermitență și zone cu aspect diferit. La operația de vopsire a firelor texturate Relontex, trebuie respectate toate condițiile rețetelor de vopsire și tratamente chimice, întrucît se pot produce diferențe de nuanță de la o șarjă la alta și uneori variații de nuanță în cadrul aceleiași șarje.

4. TEHNOLOGII NOI DE TEXTURARE

În ultimi ani, în scopul creșterii continui a productivității pe mașini, constructorii de utilaje în colaborare cu tehnologii au creat noi tipuri de utilaje, bazate pe două principii :

1) creșterea vitezelor de texturare prin sistemul constructiv al dispozitivului de texturare ;

2) realizarea mașinii complexe de etirare-texturare care realizează în flux continuu etirarea și texturarea pe același utilaj.

Referindu-ne la procedeul de etirare-texturare se poate spune, la ora actuală, că este de importanță pentru viitorul imediat, în special pentru producătorii de fire sintetice, care în mod obligatoriu execută etirarea firelor, cu aplicare în special pentru firele poliesterice și poliamidice.

Aceste noi tehnologii oferă, în afara reducerii procesului tehnologic prescurtat, un nivel calitativ deosebit, în special pentru sortimente fine.

Scanned with OKEN Scanner

Schema de principiu a operaţiei de etirare-texturare şi secţiunea într-un utilaj de acest tip, cu acţionare bilaterală, este prezentat în fig. 87 şi 88.

Maşinile moderne de texturare, de mare productivitate funcţionează cu furci de texturare prin fricţiune.

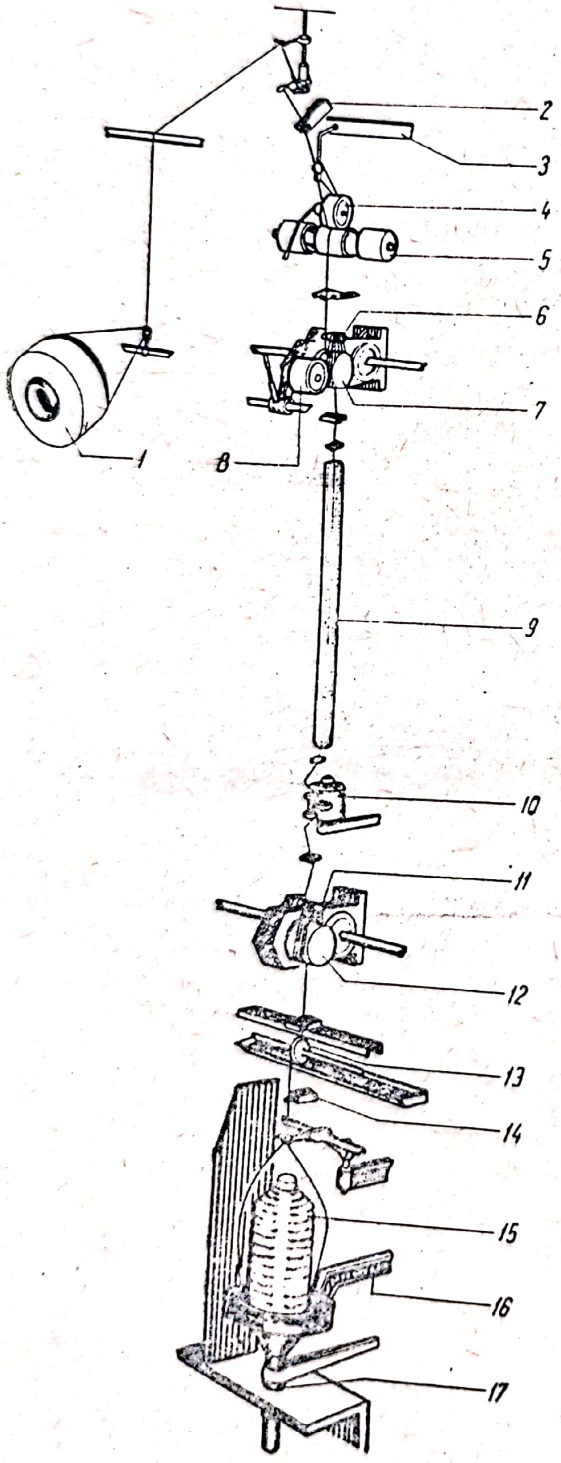
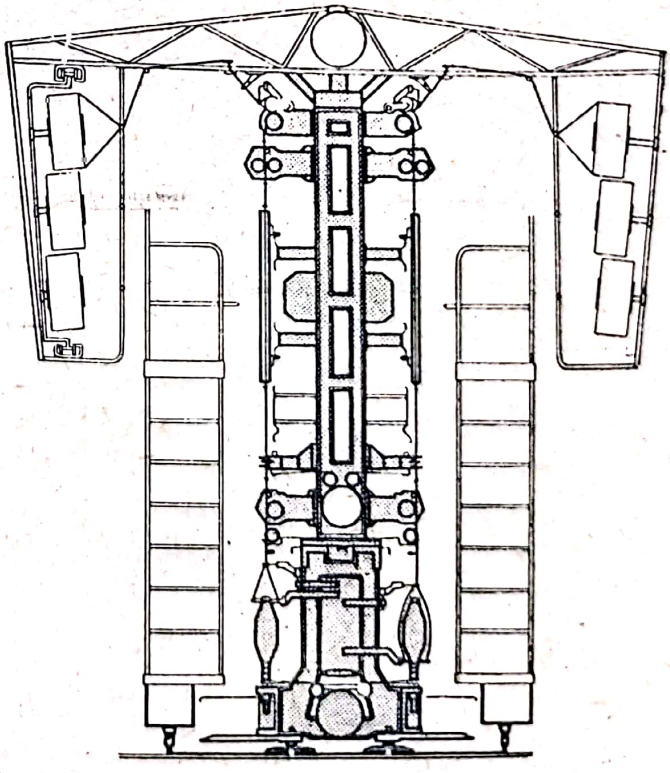


Fig. 87. Schema de principiu a operaţiei de etirare-texturare. Se reprezintă parcursul firului în operaţia respectivă :

1 — bobină de filare ; *2* — tăietor de fir ; *3* — conducător de fir ; *4* — rolă superioară de presiune ; *5* — cilindru de alimentare ; *6* — conducător superior de fir ; *7* — galete de etirare ; *8* — rolă inferioară de presiune ; *9* — placă de încălzire ; *10* — dispozitiv de fricţiune pentru fire (dispozitiv de texturare) ; *11* — cilindru conducător de fir inferior ; *12* — rolă de torsiune ; *13* — rolă de uleiere ; *14* — capătul de depunere a firului texturat ; *15* — bobină ; *16* — cursa băncii pentru depunerea firului ; *17* — fus.

Fig. 88. Secţiune prin maşina de etirare-texturare.



Scanned with OKEN Scanner

C. FIRE ŞI FIBRE PROFILATE

Firele şi fibrele filate din topitură, care sînt obţinute prin extruderea polimerului prin filiere cu orificii de alte forme geometrice decît circulare, se numesc *profilate*.

În general, pentru firele filate din topitură este un mare dezavantaj lipsa de structură precum şi forma netedă aproape cilindrică.

Aceasta limitează utilizarea lor în prelucrare, cînd intervin forţe de frecare. Este cunoscută capacitatea redusă de filare, rezistenţa mică la alunecare, lipsa de adeziune la filarea pieptănată sau cardată şi încărcarea electrostatică mare a fibrelor filate din topitură. Aceste fenomene neplăcute în prelucrare şi purtare au dus la găsirea unor noi soluţii tehnice pentru modificarea secţiunii, ceea ce în momentul de faţă este bine cunoscut.

Posibilităţile de variaţie a secţiunii şi formele ei, formarea „lumenului" oferă o întreagă varietate de tipuri, care prin modificarea formei influenţează unele proprietăţi principale de prelucrare, purtare şi aspectul produselor.

În fig. 89 se pot vedea diverse contururi pentru orificiile filierelor profilate, iar în fig. 90 secţiuni în fire şi fibre profilate de diferite aspecte.

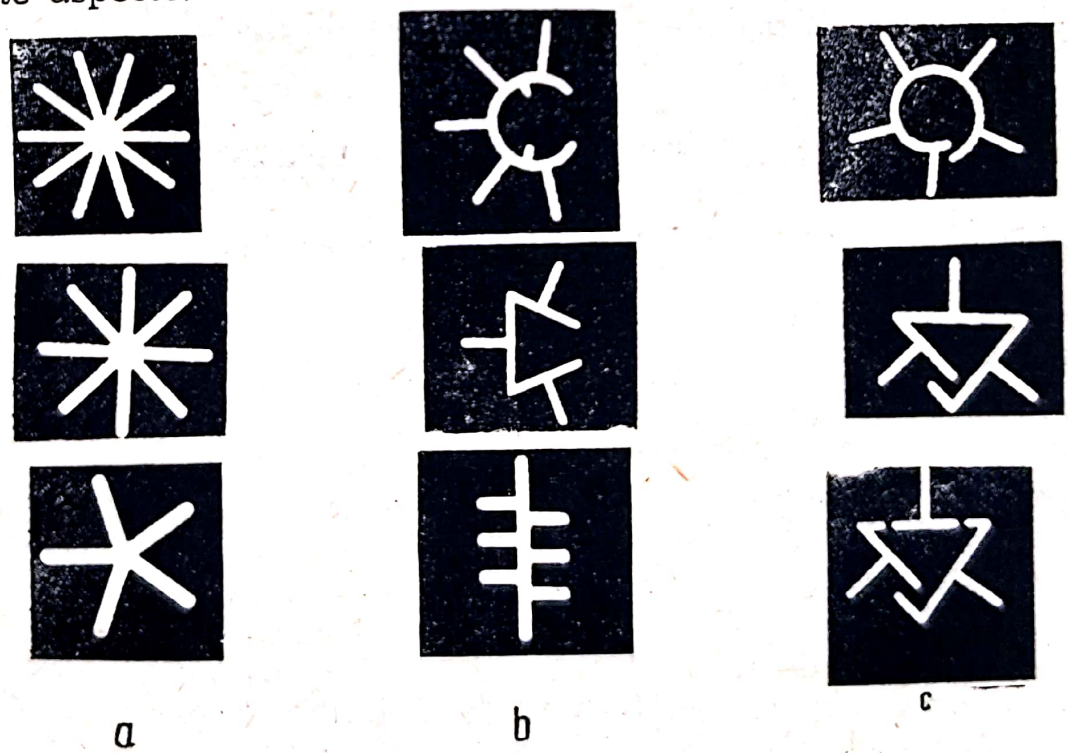


Fig. 89. Diverse contururi ale orificiilor filierelor profilate : *a, b* — pentru filamente profilate în stea, cu 3, 8, 10 colţuri ; *c* — pentru fliamente profilate cu lumen.

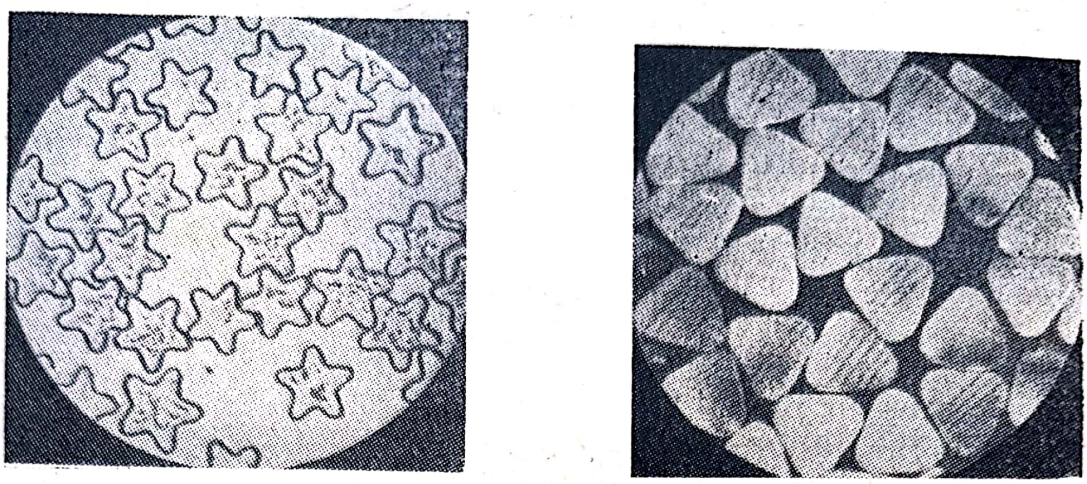


Fig. 90. Secțiuni în fire și fibre profilate.

Fibrele profilate au o tendință mai mică de lipire pe organele mașinilor textile. Banda la filatura pieptănată obținută din fibre cu lumen are un aspect net superior, un tușeu plăcut, elasticitate de volum, moliciune.

Prin utilizarea firelor continue cu contur profilat, se obțin diferite efecte în țesături și tricotaje.

Utilizarea și întreținerea filierelor profilate necesită o atenție mai mare decît a celor obișnuite, și se pare că este una dintre cauzele care nu au permis dezvoltarea acestor tipuri de fire și fibre.

D. FIRE PE URZELI SECȚIONALE

Pentru industria tricotajelor se folosesc cu mare eficacitate fire polifilamentare, poliamidice și poliesterice urzite pe bobine secționale, confecționate la producătorii de fire.

Procesul urzirii are ca scop trecerea firelor de pe copsuri și bobine sub forma unui strat înfășurat continuu direct pe bobine secționale care se alimentează pe mașinile de tricotat.

Urzirea secțională este o operație dificilă și sensibilă, însă în cazul unui produs de calitate corespunzătoare este foarte avantajos, fiind unul dintre cele mai solicitate sortimente.

Din punct de vedere calitativ, datorită faptului că se folosesc fire fără torsiune direct de la etirare, se obține un tricot cu aspect și tușeu îmbunătățit față de tricotul din fire răsucite.

Datorită unor faze și manipulări mai reduse, precum și capacității mașinilor de urzit (250—600 kg/zi), în funcție de finețe, această operație prezintă și avantaje economice.

Scanned with OKEN Scanner

O mașină de urzit secțional se compune din :

— un gater pentru așezarea copsurilor cu fire pentru alimentare, prevăzut cu sisteme individuale de tensionare și semnalizare ;

— placă distribuitoare pentru fire ;

— valțuri compensatoare cu sincronizarea operației de desfășurare a pînzei de fire în sens invers, pentru legarea firelor rupte ;

— dispozitiv de uleierea firelor ;

— spată pentru separarea individuală a firelor ;

— mașina de urzit propriu-zisă, care are suportul pentru fixarea bobinelor cu șaibă pe care se depune urzeala și care este acționat de un tambur.

Mașina este prevăzută cu un contor care măsoară numărul de metri depuși de urzeală, viteza de urzire fiind de 150—350 m/min.

Pentru ameliorarea încărcării electrostatice, mașina de urzit este prevăzută cu ionizator și în unele cazuri cu sisteme fotoelectrice de depistare a scamelor.

Bobinele secționale au dimensiuni mari, de 70 cm lungime și 30 cm diametrul sabiei, pe care se depun în medie 30 kg fire.

Se folosesc bobine de 110 cm lungime care se încarcă cu 100 kg fire sub formă de urzeală și sînt manipulate cu macaraua.

Unele mașini de urzit cu doi tamburi au capacitate dublă de urzire.

Condițiile care se impun la operația de urzire sînt :

— toate firele de pe bobina urzită trebuie să fie paralele și să aibă o tensiune determinată uniform pe întreaga lungime ;

— diametrele tuturor bobinelor (stratul de fire depus pe bobină) să fie cît mai egale ;

— la un număr de metri egali de urzeală pot apărea variații de greutate de la o bobină la alta din cauza diferențelor de finețe ;

— suprafața bobinelor cu fire urzite trebuie să fie perfect cilindrică ;

— numărul de fire de urzeală de pe bobine trebuie să corespundă cu numărul de pasete al mașinii de tricotat ;

— nu se admit fire nelegate reglementar în interiorul urzelii, fire rupte, fire lipsă sau alunecări de scamă. Toate acestea sînt surse de defecțiuni pe suprafața tricotului ;

— la sfîrșitul operației de urzire toate firele se filează în ordinea așezării lor, prin lipirea cu ajutorul unei hîrtii speciale care se face cu mare atenție, pentru a putea fi folosite în bune condiții la mașinile de tricotat ;

Scanned with OKEN Scanner

— bobinele încărcate cu urzeală sînt protejate și așezate în ambalaje individuale, cu marcajul respectiv.

La Combinatul de fibre sintetice Săvinești și Iași se folosesc urzitoare tip Liba (S.U.A.) prezentate în fig. 91.

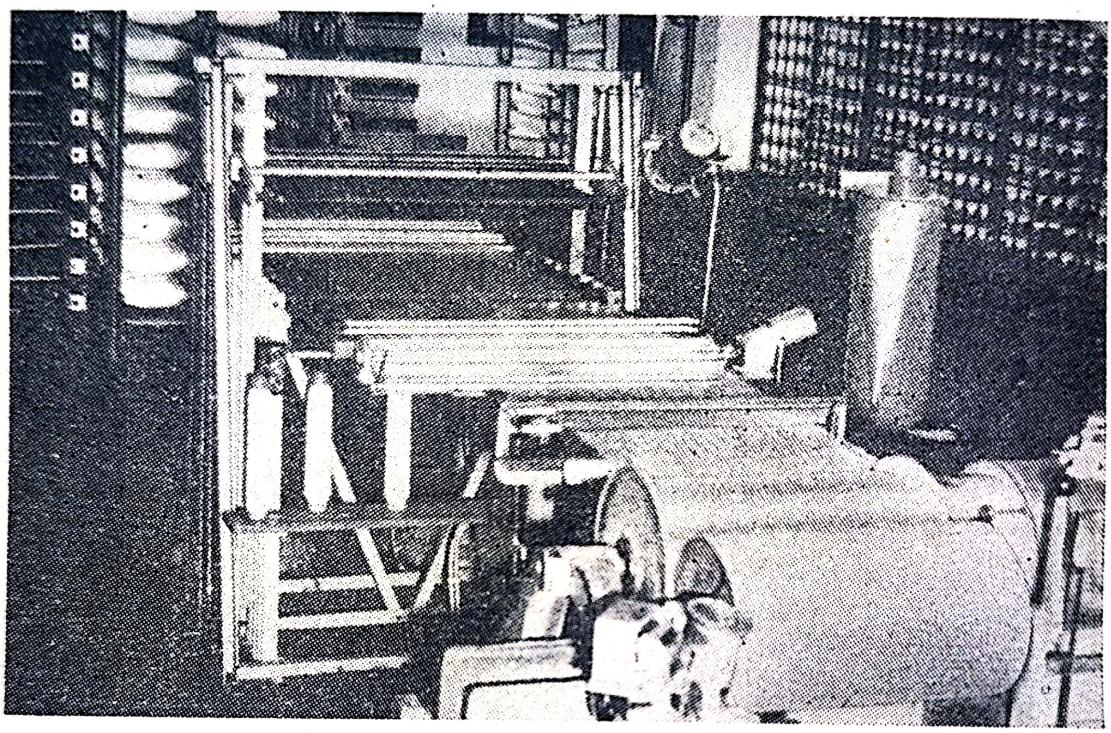


Fig. 91. Vederea mașinii de urzit tip Liba.

E. FIRE TEHNICE

Pentru utilizare în tehnică, firele sintetice, datorită proprietăților speciale pe care le prezintă, sînt foarte solicitate.

Cele mai largi aplicații ale acestora sînt ca : materiale filtrante în industria chimică, în funcție de rezistența lor chimică (firele poliesterice, polipropilenice, policlorvinilice, poliamidice), benzi transportoare, inserții pentru curele, plase de pescuit, furtunuri de presiune pentru pompieri și în special firele cord pentru anvelope.

În general, firele tehnice polifilamentare trebuie să prezinte rezistență mecanică la tracțiune și frecare cît mai mare și o alungire redusă pentru menținerea formei constante în timpul folosirii, deformările fiind o piedică în utilizarea lor.

Scanned with OKEN Scanner

1. FIRE TEHNICE POLIAMIDICE CORD

Firele cord se obţin în prezent din viscoză, poliamidă 6.6, poliamidă 6, poliesteri, oţel şi sticlă. Firele cord din viscoză se etirează direct la maşina de filat şi au fost tratate la Cap. V.

În ţara noastră se produc fire poliamidice tip cord numai pe bază de poliamidă 6.

Firele poliamidice tip cord se obţin azi prin două tehnologii :

— filarea directă a polimerului în stare topită (este un caz special de utilizare a filării directe) ;

— filarea din polimer granule (similar cu producţia de fire).

Rezultatele total diferite între caracteristicile produsului rezultat prin cele două tehnologii a condus la abandonarea procesului prin filare directă, chiar dacă prezintă faze mai puţine şi unele avantaje economice.

Cauzele principale care distanţează cele două tehnologii sînt :

— imposibilitatea realizării unei mase moleculare, suficient de înaltă pentru asigurarea rezistenţei ridicate la tracţiune ;

— dificultăţi în realizarea practică a tratamentelor necesare pentru termostabilizarea cordului ;

— capacitate mai scăzută pentru aplicarea etirării la cald.

Din aceste cauze, în momentul de faţă cordul poliamidic de calitate superioară se filează numai din granule.

Obţinerea firului cord poliamidic prin filarea din granule. Caprolactama pentru cord şi fire tehnice este de o puritate specială, peste nivelul obişnuit la fire, pentru a se putea asigura realizarea omogenă a unui polimer de viscozitate mare.

Pentru obţinerea polimerului se aplică polimerizarea continuă în coloane VK cu prepolimerizare sub presiune, urmată de faza de demonomerizare sub vid şi granularea polimerului în mod obişnuit. Granulele de polimer sînt extrase şi uscate în proces continuu.

Pentru a se obţine o policaprolactamă cu masă moleculară mare se adaugă iniţiatori de reacţie (apă), obţinîndu-se un polimer cu viscozitate relativă 3, la ieşirea din coloană şi viscozitatea 3,3 după uscare.

Operaţii specifice realizării firelor cord şi tehnice. Acestea sînt :

— termostabilizarea polimerului ;

— filarea polimerului ;

— supraetirarea la cald a firelor ;

— torsionarea firului simplu ;

Scanned with OKEN Scanner

— paralelizarea a două fire simple ;
— răsucirea a două fire (obținerea cablului) ;
— țeserea.

Termostabilizatorii pentru fire tehnice au preocupat mult pe cercetători pentru găsirea unor avantaje în aplicare, sau o valoare mai bună de termostabilitate, exprimată prin rezistența păstrată, în procente, după expunerea timp de 16 ore în aer cald, la 177°C.

Se cunosc un număr mare de variante pentru termostabilizatori și procedee de termostabilizare care, însă, au efecte diferențiate. Substanțele utilizate în acest scop pot fi organice sau anorganice.

Stabilizatorii termici organici au caracter antioxidant.

Stabilizatorii termici anorganici sînt, în general, săruri de metale care blochează grupele terminale ale polimerului creînd puncte de rezistență la degradarea termică. Aceste metale pot fi : Cu, Mn, Ni, Co, Zn etc.

Cele mai bune rezultate se obțin prin aplicarea unei recepturi complexe cu mai mulți componenți, care să cuprindă :

— o substanță antioxidantă ;
— o sare anorganică din metalele susmenționate ;
— o substanță plastifiantă care să favorizeze dispersarea în polimer a amestecului termostabilizator, adeziunea la suprafața granulelor și etirarea firului la cald.

Termostabilizatorul se adaugă pe granule, într-un amestecător rotativ, la o concentrație mărită.

Ulterior, polimerul conținînd stabilizator se dozează la extrudere într-un anumit raport. De obicei agentul termostabilizant nu trebuie să depășească 5% față de polimer.

Acest mod de aplicare a termostabilizatorului nu produce deranjamente în instalație.

Se cunosc procedee după care agentul termostabilizator se introduce la polimerizare. Aceste procedee sînt necorespunzătoare în practică, întrucît creează dificultăți în funcționare datorită depunerilor pe pereții metalici ai instalațiilor și conductelor.

Polimerul termostabilizat se filează cu ajutorul extruderelor orizontale după tehnica generală a filării din topitură.

Se filează fire de 840/140 den, 630 × 2/210 den și 480 × 2 pentru a se obține fire de cord în sortimentele 840/140, 1260/210 și 1680/280.

Viteza de filare este 450—500 m/min.

Firele se depun pe bobine de 12 kg.

Pentru obținerea unei rezistențe înalte la tracțiune și unei alungiri cît mai reduse, etirarea firelor cord se execută pe utilaje

Scanned with OKEN Scanner

de construcție specială care permite supraetirarea la cald la rapoarte mari.

Prin această orientare ridicată, tenacitatea firului ajunge la o valoare minimă de 9 g/den.

Mașina îmbunătățită de etirare la cald este introdusă în instalațiile Relon III și IV. Ea este dotată cu o zonă de încălzire dublă (40 cm), reglată automat pentru fiecare loc de etirare.

Se aplică un singur raport de etirare, în medie 1 : 5.

Mașina este prevăzută cu gater lateral și un sistem special de frînare a firului între galeții de etirare care facilitează întinderea. De asemenea, pentru îndepărtarea gazelor din fir, la încălzire, (preparații și monomer) fiecare post este prevăzut cu absorbție locală din care se colectează într-un singur canal principal de ventilație.

În toate cazurile, firele tehnice se etirează la cald pentru obținerea unor proprietăți fizico-mecanice speciale.

Primul tip de mașină de etirat la cald prezintă două zone de etirare. În prima zonă are loc etirarea la rece la raportul 1 : 3,5 (4,0), iar în a doua zonă firul este trecut tangențial pe o suprafață curbă încălzită electric la 170°C, la un raport 1 : 1,2—1,5 avînd reglarea automată a temperaturii.

Mașinile moderne (fig. 92) execută etirarea într-o singură treaptă, cu o zonă de încălzire, mai lungă, asigurînd capacitatea de întindere, ceea ce conduce la caracteristici fizico-mecanice superioare.

Se lucrează cu turații la fuse de 5 000—8 000 rot/min și viteza de tragere de 130—150 m/min.

Firele etirate se depun pe copsuri de 4 kg.

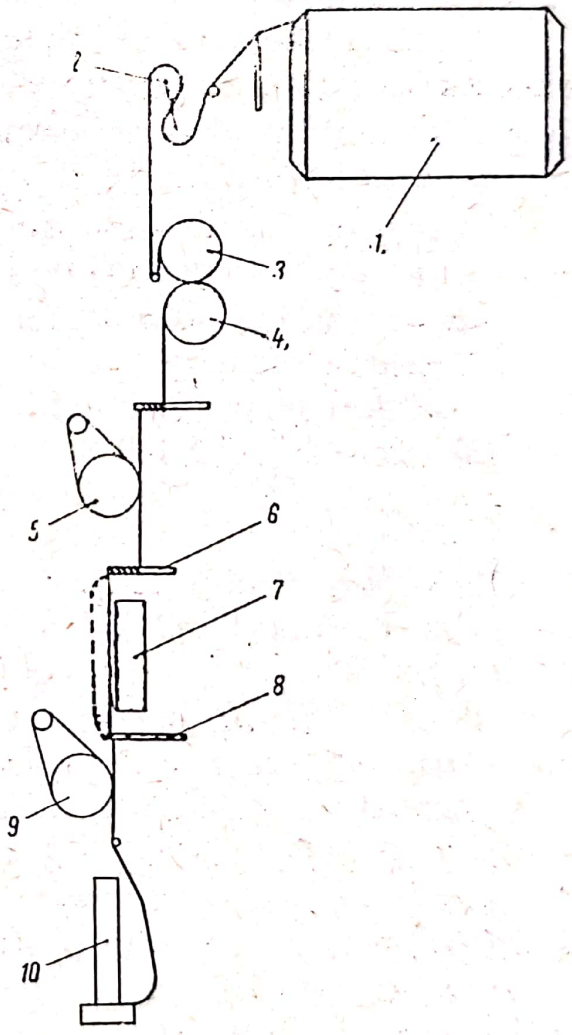


Fig. 92. Principiul de funcționare a mașinii de etirat la cald :

1 — bobină de etirare ; *2* — conducător de fir ; *3* — valț de debitare ; *4* — știft de etirare ; *5* — rolă de etirare superioară ; *6, 7, 8* — zone de etirare caldă ; *9* — rola de etirare inferioară ; *10* — fus și cops pentru preluarea firului.

Scanned with OKEN Scanner

Firele etirate la cald se mai numesc și *supraetirate*. Ele se pot livra pe bobine cu disc, bobine cilindrice, conice, în formă simplă, torsionate și multiplicate după solicitări, ca fire tehnice sau în rețea sub formă de cord.

Prelucrarea textilă a cordului pentrc anvelope presupune următoarele operații :

— răsucirea firelor individuale ;

— paralelizarea firelor simple ;

— cablarea firelor paralelizate (multiplicarea) ;

Pentru executarea acestor operații se pot utiliza mai multe tipuri de mașini :

— mașini de răsucire simplă tip Ring, pentru fire groase, care execută operațiile consecutiv ;

— mașini de răsucire simplă care execută răsucirea și cablarea continuu pe același utilaj ;

— mașini de dublă răsucire care execută în două faze cablarea, dar cu un număr de posturi pe jumătate.

Aceste mașini permit și multiplicări diverse pentru fire tehnice. Valoarea răsucirii este stabilită în funcție de grosimea cordului, în corelare cu cea mai bună valoare de obosire.

De exemplu : 840 × 2/470 × 470 rot/m ;
1260 × 2/390 × 390 rot/m ;
1680 × 2/280 × 280 rot/m.

Răsucirea firului individual se face de obicei în sensul „Z“, iar dublarea la aceeași valoare în sensul „S“ (se mai numește și cord simetric).

După cablare firele trec la operația de țesere, care se face pe un război de construcție specială. Prin țesere se obține o rețea cu caracteristici de desime și lățime după solicitările beneficiarilor, în mai multe tipuri.

Firele tehnice se răsucesc la valori de torsiuni mai mici, pînă la 200 rot/m și se livrează pe bobine cilindrice sau conice.

Rețeaua de cord este de fapt o urzeală deasă de fire cord și o bătătură rară de bumbac, pentru menținerea așezării paralele a firelor.

La ieșirea din războiul de țesut rețelele sînt depuse pe suluri în lățime de 1,5 m, în cantitate de circa 400 kg.

Problema cea mai dificilă pentru utilizarea cordului este impregnarea pentru adeziune corespunzătoare cu cauciucul.

Scanned with OKEN Scanner

Atît cordul din viscoză cît și cordul poliamidic dau rezultate bune în această privință.

Lipsa de adeziune la cauciuc a limitat extinderea firelor cord poliesterice, dezvoltîndu-se mai mult firele tehnice obișnuite.

2. CORZI MONOFILAMENTARE

Firele tehnice pentru alte scopuri se pot pregăti, după caz, din fire supraetirate, polifilamentare răsucite, cu sau fără multiplicare.

O categorie specială de fire tehnice sînt corzile monofilamentare pentru articole tehnice ca site speciale, perii de diferite categorii, corzi de pescuit etc.

Procesul de obținere a acestor corzi este asemănător cu cel al firelor textile. În principiu, topitura de polimer se extrude printr-o filieră, într-o baie de răcire, după care se depune pe bobine. După bobinare este supusă etirării. Se lucrează cu viteze de 100—500 m/min. Dacă se folosesc filiere cu mai multe orificii, se obțin mai multe fire paralele, care se pot bobina separat. Bobinele sînt în continuare depuse pe un rastel la mașina de etirat corzi și după etirare la un raport de 1 : 3,5 rezultă bobine mici sau se înfășoară firele pe hașpele, pentru obținerea firelor pentru perii de lungime 80—100 cm, care se livrează în mănunchiuri.

Pentru obținerea unei forme mai omogene a monofilamentului sînt folosite și filiere de trefilare înainte de valțurile de etirat.

Corzile pentru perii sînt folosite pentru curățiri în diferite procese industriale și pentru uz casnic.

În ultimii ani, la Combinatul de fibre sintetice Săvinești s-a extins fabricarea fibrelor monofilamentare pentru pescuit care sînt obținute pe același principiu, cu deosebirea că sînt supraetirate și se realizează vopsirea în proces continuu, iar depunerea firelor se face pe role de material plastic.

Corzile monofilamentare, de obicei, sînt sortimente nerentabile, în sensul că necesită operații pe mașini cu productivitate mică și multă manoperă.

Firul de pescuit, datorită faptului că este livrat pe lungimea de fir și nu pe greutate, este oarecum mai avantajos. Din punct de vedere al caracteristicilor de calitate și al omogenității, este cel mai pretențios sortiment de fir monofilamentar.

Schema de principiu a fabricării fibrelor monofilamentare-corzi este prezentată în fig. 93.

Scanned with OKEN Scanner

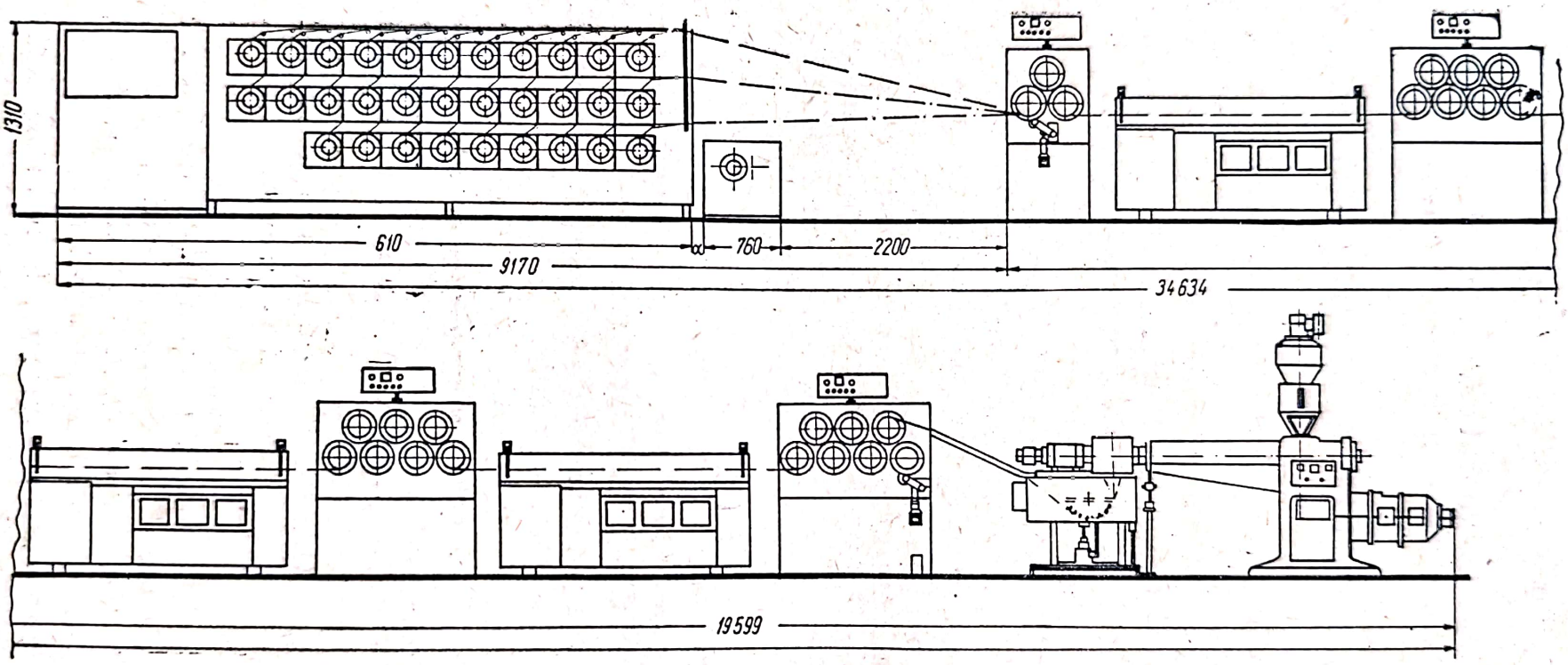


Fig. 93. Schema de principiu a unei linii moderne de corzi.

Scanned with OKEN Scanner

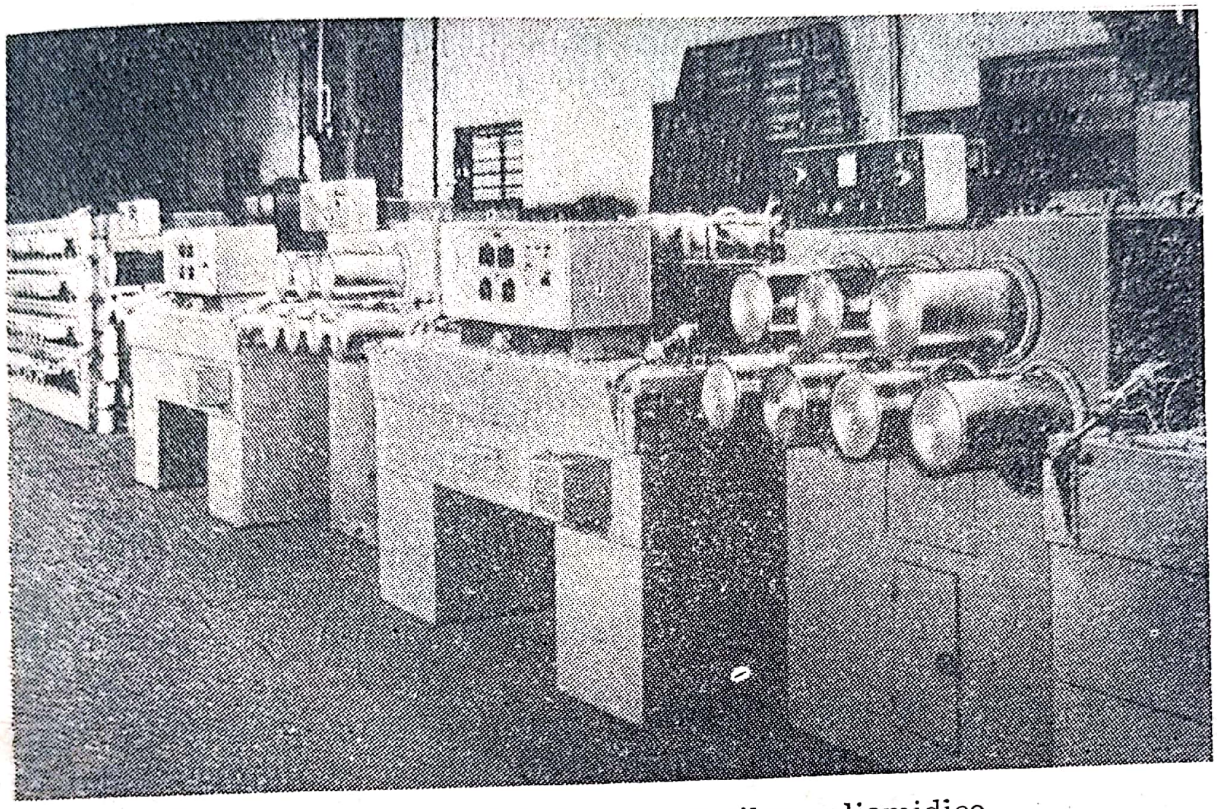


Fig. 94. Linie de fabricare a corzilor poliamidice

O linie de fabricare a corzilor (fig. 94) cuprinde : extruderul pentru filare, zona de solidificare sub apă a monofilamentelor, 3 grupe de etirare cu zone intermediare de tratare termică și grupul de bobinare finală a firelor finite. Instalația se pretează, cu adaptarea parametrilor, și pentru obținerea corzilor de poliesteri sau polipropilenă pentru scopuri tehnice diferite.

3. FIRE TEHNICE POLIESTERICE

Firele tehnice poliesterice sînt utilizate pe scară din ce în ce mai largă pentru scopuri industriale, în special acolo unde condițiile de funcționare impun stabilitatea alungirii în timp. Cea mai importantă utilizare tehnică a acestor fire este ca inserție în benzi de transport și curele.

Întrucît adeziunea la cauciuc este mai mică decît a firelor tehnice poliamidice, datorită specificului polimerului, firele tehnice poliesterice sînt tratate special în procesul de fabricație, pentru a crește această proprietate, operație care se numește *adenizare*.

Scanned with OKEN Scanner

Pentru filarea firelor tehnice poliesterice se utilizează un polimer cu greutate moleculară mai ridicată decît pentru fire sau fibre textile, pentru a se obține rezistențe mari la fricțiune.

Creșterea greutății moleculare se realizează atît prin conducerea policondensării cît și printr-o tratare termică ulterioară a polimerului, numită *post-policondensare*, care este aplicată industrial la Combinatul de fibre sintetice Vaslui.

Filarea se realizează după principiile generale aplicate la firele tehnice poliamidice sau, în ultimii ani, pe utilaje de productivitate mărită care execută în proces continuu mai multe operații pe aceleași agregate (fig. 95).

Prima instalație de fire tehnice poliesterice s-a realizat la Combinatul de fibre sintetice Iași (1972), iar următoarea la Combinatul de fibre sintetice Vaslui (1981), după un procedeu îmbunătățit.

Prelucrarea textilă a firelor tehnice necesită mai multe etape de etirare și fixare termică pentru stabilizarea alungirii, contracției și creșterea rezistenței.

În continuare se descrie procedeul modern de obținere a firelor tehnice poliesterice.

Obținerea firelor tehnice poliesterice după procedeul „filare-etirare continuă". Firele tehnice poliesterice sînt în principal destinate țesăturilor utilizate ca inserție în cauciuc pentru articole tehnice speciale cum sînt benzile de transport.

În această funcție tehnologia trebuie să asigure caracteristici de calitate la valori superioare, în sensul că trebuie să se obțină alungire cît mai redusă și stabilă, rezistență înaltă la tracțiune, valori mici de contracție la tratamente termice și maximum pentru obosire și adeziune la cauciuc.

În același timp tendința generală de reducere a consumurilor energetice a condus la construirea de noi tipuri de mașini care execută filarea și etirarea în proces continuu pe același agregat.

Instalația care realizează operația de filare-etirare continuă a fost adaptată la Combinatul de fire sintetice Vaslui, care a intrat în funcțiune în 1981.

Această mașină, la care se pot aplica parametri convenabili pentru proprietățile de mai sus, prezintă o serie de avantaje economice ca : productivitate ridicată, reducere de faze, reducere de costuri și caracteristici calitative corespunzătoare.

Scanned with OKEN Scanner

Pe schema de principiu a unui post de filare din fig. 95 se poate urmări drumul parcurs de firul proaspăt filat după acest proces continuu.

Din turnul de răcire *1* filamentele, formate prin filierea în mod obișnuit, sînt restrînse cu ajutorul unor ghidaje *2*, trec prin zona de tratare cu soluții de preparație *3* și *4*.

În continuare firul tratat este preluat de valțurile 5 cu o ușoară etirare, după care se continuă trecerea prin agregatul de etirare *6* prin cele 3 zone de temperatură, realizîndu-se prin diferența de viteză a grupelor de valțuri etirarea la cald, la un raport total de etirare 1 : 5—1 : 6 și în final firul este preluat de bobina de înfășurare 7, la o diferență de viteză negativă care să permită relaxarea pînă la 14—15% a firului. Prin aceasta se reduce capacitatea reziduală de contracție și se perfectează tratamentul termic.

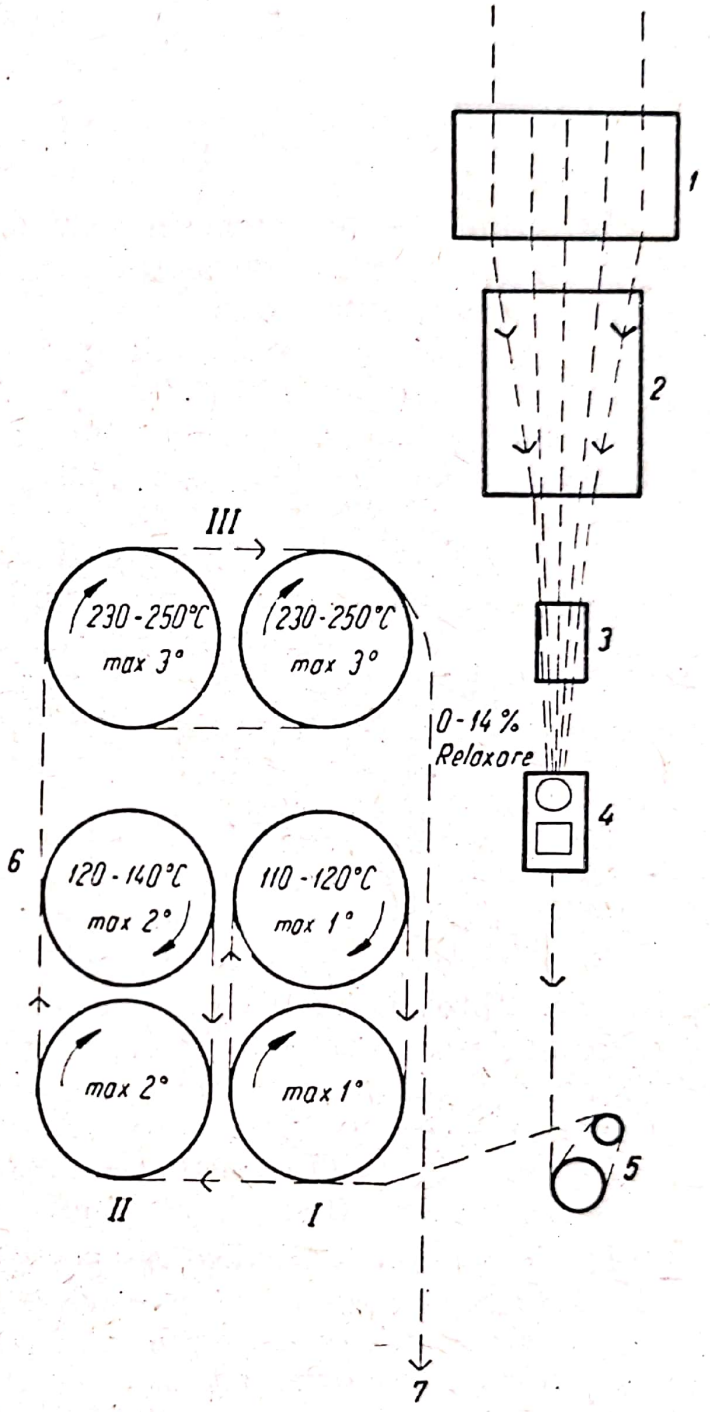


Fig. 95. Schema de principiu a unei părți de filare (modul) a mașinii de filare-etirare fire tehnice PES.

Prin optimizarea parametrilor pe care îi permite acest tip de utilaj se pot obține, în condiții mai economice, valori deosebit de bune pentru utilizările ale acestor fire.

Viteza de filare este în medie în jur de 500 m/min, iar viteza de înfășurare-filare de 3 000 m/min.

Scanned with OKEN Scanner

F. FIBRE SUB FORMĂ DE PALE

1. PRELUCRAREA ÎN PALE A FIBRELOR ACRILICE

În ultimii ani a luat mare dezvoltare procedeul de a transforma direct cablul de fibre, de la linia de filare, în pale, la producătorii de fibre, operaţie prin care se scurtează procesul tehnologic de prelucrare în industria textilă, eliminîndu-se o serie de faze la filatura de fire pieptănate, la beneficiari. S-a ajuns la concluzia că este mult mai economic să se elimine operaţia de tăiere în fibră scurtă, păstrîndu-se paralelismul din cablul de filare, prin transformarea în pală.

Procedeul se aplică în special la fibrele poliacrilonitrilice din care se pot obţine pale contractabile pentru fire de tricotaje şi necontractabile pentru ţesături. Pala contractabilă este un amestec, aproape în părţi egale, de fibre total fixate şi fibre cu capacitate de contracţie suficientă (în jur de 20%), din care se obţin fire pentru tricotaje cu aspect de lînă, datorită voluminozităţii pe care o primeşte firul în finisare.

Firele necontractabile se ondulează în jurul celor contractabile care se scurtează, obţinîndu-se astfel fire cu aspect de lînă şi tuşeu plăcut, numite fire *voluminoase*.

Se pot obţine pale şi din fibre poliacrilonitrilice necontractabile, din fibre poliamidice, poliesterice, celofibră, fibră acetat etc.

Cablul rezultat de la maşinile de filat se poate transforma în pale pentru filatura de fire pieptănate, folosindu-se maşini care funcţionează pe două principii :

— prin rupere (Turbo-Stapler, Seydell) ;
— Prin tăiere (Pacific-Tematex-Ritter).

Firele poliacrilonitrilice se pretează la transformarea cablului în pală prin rupere. Între cele două procedee, în ultimul timp, se pare că sînt suficiente argumente pentru a considera ruperea ca principiu mai bun pentru acest scop. Marginile fibrei rupte sînt etirate şi permit alunecarea filamentelor la pieptănare pentru a se obţine o aşezare ordonată a lor în pală, care să asigure comportarea la filarea textilă.

La Combinatul de fibre sintetice Săvineşti se aplică şi se dezvoltă în continuare procedeul de obţinere a palelor poliacrilonitrilice prin rupere.

Maşina de transformat cablu în pală cu contracţia mare, tip Turbo-Stapler, se compune din patru zone principale, schema de principiu fiind dată în fig. 95 (Se utilizează mai mult în S.U.A.).

Scanned with OKEN Scanner

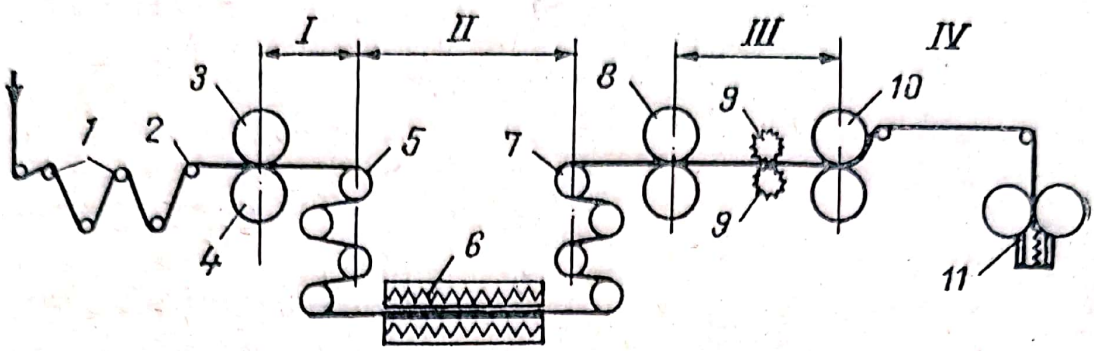


Fig. 96. Schema instalației Turbo-Stapler pentru obținerea palelor prin rupere :

1, 2, 3, 4 — cilindri de alimentare ; *5, 7* — valțuri de etirare ; *6* — plăci de încălzire ; *8, 10* — role de întindere ; *9* — valțuri de rupere ; *11* — dispozitive de încrețire ; *I* — zona de alimentare ; *II* — zona de laminare (etirare) ; *III* — zona de rupere ; *IV* — zona de încrețire.

Etirarea are loc obișnuit la temperatura de 130°C sau mai mult, în funcție de raportul de etirare dorit. Cablul nefixat nu se pretează decît la un raport de etirare slab 1 : 1,07, iar cablul prefixat se poate etira la 1 : 1,23 sau 1 : 1,31, ceea ce asigură caracteristicile fibrei contractabile.

Ruperea se realizează cu ajutorul a două valțuri cu lamele de mare duritate. Acestea rup fibrele prin întindere, fără să le taie complet, ceea ce permite formarea palei. În ultima parte cablul rupt este trecut într-o cameră de ondulare, prin comprimare, și colectat în căni.

O parte din materialul rupt se fixează și în continuare se amestecă în părți egale cablul fixat și nefixat și este rupt a doua oară la o altă mașină, pentru eliminarea a circa 15% fibre lungi care mai rămîn de la prima rupere.

În acest fel se poate obține o diagramă de lungimi corespunzătoare pentru prelucrarea în continuare, care conține circa 5% fibre scurte pînă la 30 mm, maximum 1% fibre lungi peste 150 mm, cu o lungime medie 95—100 mm. Pentru obținerea unei pale corespunzătoare, de mare importanță este natura și procentul de substanțe de avivare antistatice folosite.

După fazele de rupere cablul este trecut printr-un pasaj de pieptănare. În final pala este colectată sub formă de bobine de circa 5—6 kg.

Calitatea palei este verificată prin diagrama de lungimi, capacitate de contracție (circa 20%), lipsa ruperilor, aglomerărilor, fibrelor scurte și adeziune în operațiile de prelucrare.

În final bobinele de pală protejate în pungi de polietilenă se ambalează în baloți.

Scanned with OKEN Scanner

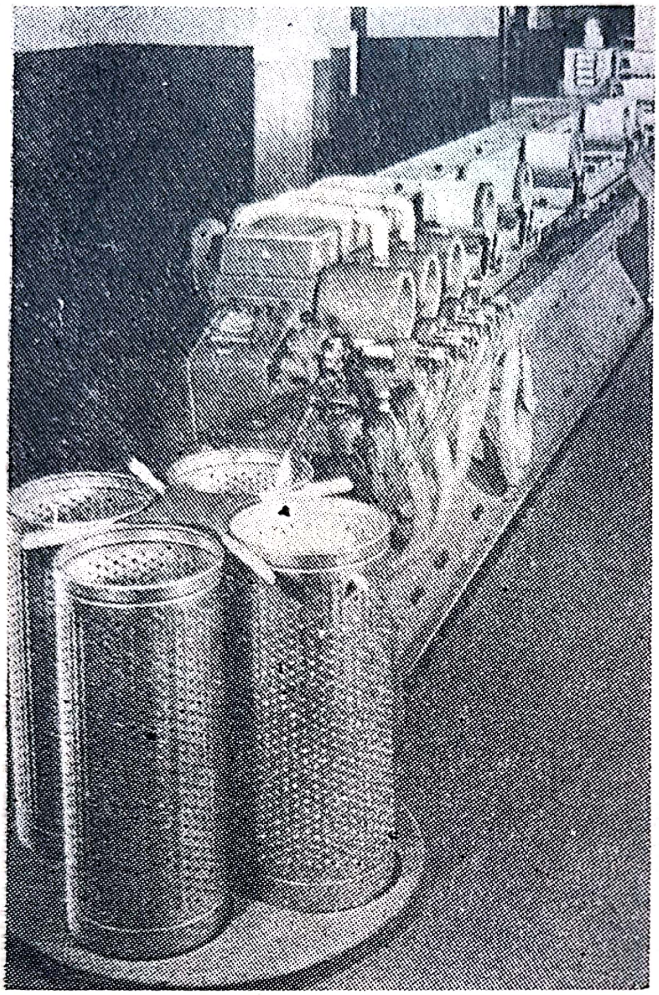


Fig. 97. Vedere exterioară a mașinii Seydell

În instalațiile noi, pentru transformarea cablului acrilic în pală prin rupere, se utilizează mașina tip Seydell. Primele dotări au fost făcute la C.F.S. Săvinești cu mașina bilaterală, iar în etapa 1973 s-au introdus mașinile cu o singură parte caracterizate prin servire ușoară, mare productivitate și o calitate superioară a palei. Această calitate se exprimă printr-o diagramă de rupere mai bună pentru filare și lipsa defectelor fizice.

Pala voluminoasă (HB) se obține din amestecarea, după rupere, în raportul 45—55, a materialului fixat pentru eliminarea contracției cu material contractabil (nefixat).

În fig. 97, este dată vederea exterioară a mașinii Seydell — cu o singură parte (tip 672), iar în fig. 98 schema de principiu a ruperii cablului pe această mașină, unde se pot remarca cinci zone de rupere.

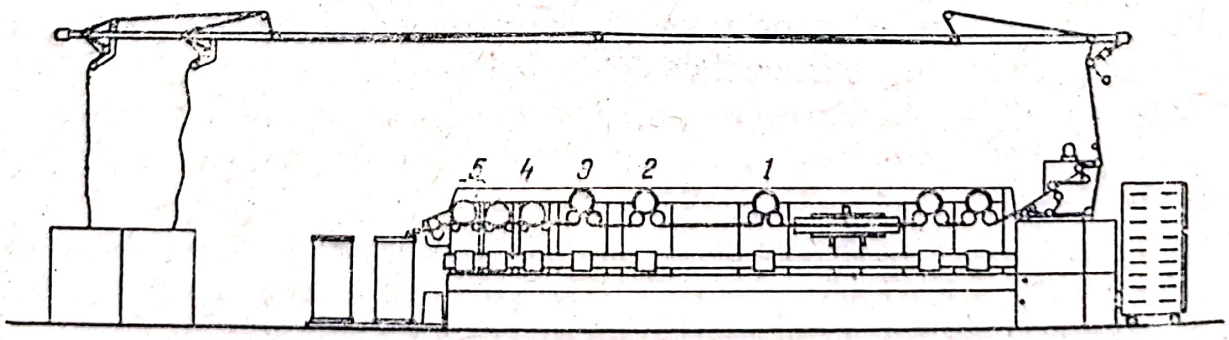


Fig. 98. Schema de principiu a mașinii de rupere a cablului : *1, 2, 3, 4, 5* — zone de rupere.

Scanned with OKEN Scanner

2. PRELUCRAREA ÎN PALĂ A CABLULUI DIN FIBRE POLIESTERICE

Pentru obținerea palei din cablu de fibre poliesterice se aplică, în mod curent, procedeul prin tăiere pe utilaje denumite „convertere de tăiere".

Prima condiție pentru obținerea unei pale de bună calitate din fibre poliesterice este legată de asigurarea uniformității cablului care urmează a fi supus operației de transformare, în privința: procentului și eficacității preparației, încreștirii, stării fizice a filamentelor în cablu etc.

Diagrama de distribuție a lungimii fibrelor obținute prin tăiere este diferită de cea obținută prin rupere și se caracterizează prin procent ridicat, de minimum 90%, fibre cu lungimea nominală de tăiere. În R. S. România se aplică prelucrarea cablului pentru pale pe convertere de tăiere Rieter.

Mașina Rieter prezentată schematic în fig. 98 se compune în principal din următoarele părți:

a) Rastelul de alimentare 7, care permite preluarea cablurilor unitare din căni, și cu ajutorul dispozitivelor de preluare și reglare a tensiunilor se asigură alimentarea la capul de tăiere b), prevăzut cu dispozitiv de schimbare a unghiului de alimentare, pentru modificarea acestuia față de direcția de deplasare, în scopul obținerii diagramei de tăiere corespunzătoare, c) Cilindrul de tăiere care posedă cuțitele depuse elicoidal, de diferite dimensiuni, în funcție de lungimea dorită.

În continuare, după dispozitivul de tăiere sînt amplasați cilindrul de tragere, cîmpul cu ace, dispozitivul de încreștire al benzii prin comprimare și depunătorul în căni.

Cablul alimentat la mașină, la dimensiunea totală necesară, este tăiat, laminat, încreștit și depus în căni sub formă de benzi. În continuare, prin 2—3 pasaje de laminare se obține banda de pală care se presează în pachete.

G. FIRE TEXTURATE TIP COVOR

În ultimii ani s-a extins considerabil utilizarea firelor și fibrelor sintetice la fabricarea articolelor pentru decorarea și amenajarea locuințelor.

Pentru simplificarea procesului tehnologic de obținere a firelor pentru covoare a fost introdusă o tehnologie modernă si economică,

Scanned with OKEN Scanner

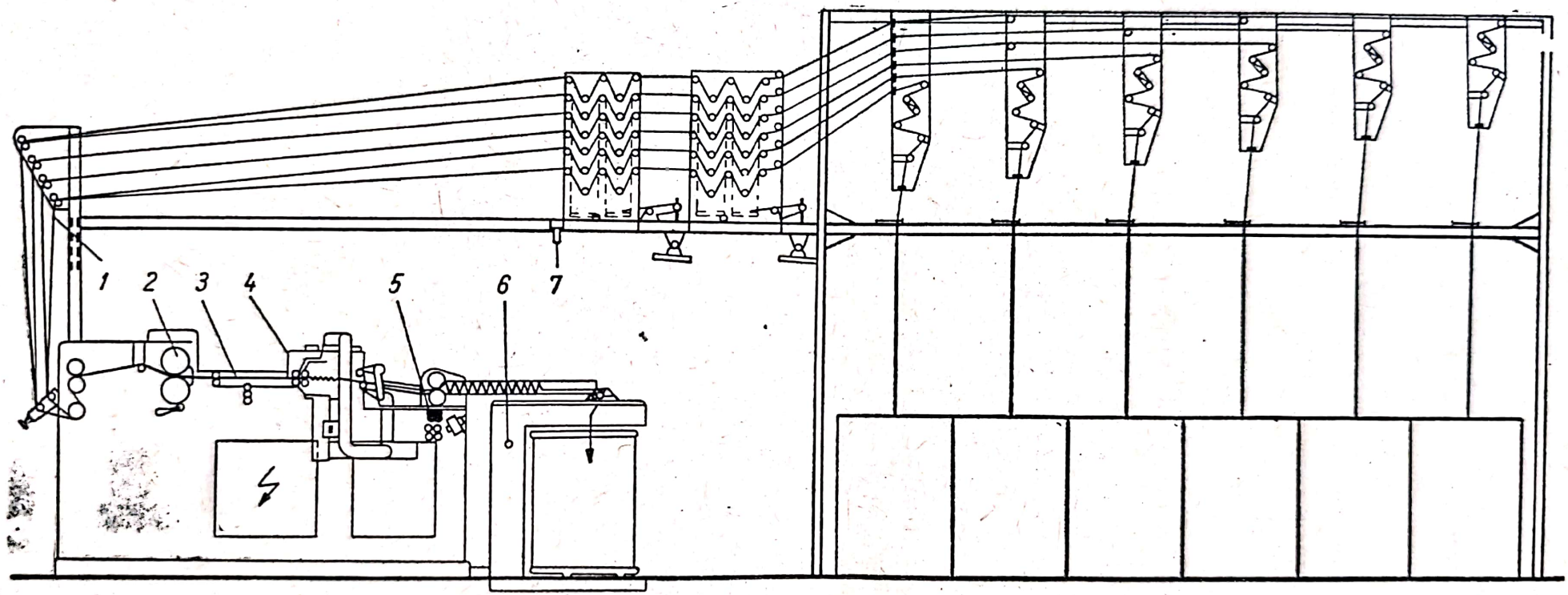


Fig. 99. Converterul de tăiere Rieter :

1 și *2* — sisteme de tensionare a cablului ; *4* — zona de tăiere ; *5* și *6* — zona de încreștire și înaintare a cablului în căni ; *7* — gaterul de alimentare.

Scanned with OKEN Scanner

prin evitarea obținerii firelor din fibre scurte, fiind în același timp și foarte estetice.

Această tehnologie modernă se bazează pe folosirea firelor — benzi texturate, obținute din polimeri termoplastici.

Firele se obțin din filatură la un denier de bază convenabil, similar cu firele tehnice (de obicei 1 000—1 200 den) pe bază de filament 15—20 den și în continuare sînt supuse operației de etirare-texturare într-o singură fază, obținîndu-se benzi texturate cu un efect de strălucire special, satisfăcător cerințelor modei. Acest gen de fire este utilizat în țesături pentru stofe de mobilă și în covoare de mare productivitate obținute prin procedeul „Tufting".

Prin acest procedeu se pot obține benzi texturate poliamidice, poliesterice și polipropilenice.

Specificul procesului tehnologic. La Combinatul de fibre sintetice Săvinești a fost stabilită o tehnologie proprie în cadrul instalației Relon IV, în scopul obținerii firelor texturate tip covor pe bază de policaprolactamă.

Polimerul este obținut în condiții similare cu polimerul pentru cord și în instalații de același tip (coloane VK). Se urmărește în acest caz realizarea unei mase moleculare mari, pentru a da firului rezistență mai mare la frecare și capacitate mare de revenire la presare în condițiile de utilizare.

În cazul cînd există condiții pentru a se folosi un polimer identic cu cordul se obțin proprietăți favorabile în produsul finit. În cazul cînd nu există această posibilitate, se utilizează instalații VK obișnuite care pot atinge o masă moleculară maximală, măsurată prin viscozitatea relativă la valoarea 2,8. Sub această viscozitate nu este indicat a se lucra fire tip covor.

În ceea ce privește filarea se pot aplica două procedee :

— filarea directă din polimer topit (care conduce la rezultate mai slabe) ;

— filarea din granule.

Filarea din granule este aplicată în condiții similare cu firele tehnice, folosindu-se același tip de extrudere și mașini de înfășurare a firului filat.

Aceste fire se filează prin filiere cu secțiunea orificiilor rotundă sau prin filiere cu secțiunea profilată (trilobală sau triunghiulară, în cazul cînd se urmărește un efect de strălucire deosebit). Tot în acest scop se produc, în cea mai mare parte, fire fără conținut de matisant.

Scanned with OKEN Scanner

Firele filate pentru un denier etirat de 1 000—1 200 sînt tratate cu preparații speciale pe mașina de înfășurare și se depun pe bobine de 5 kg.

Etirarea și texturarea se aplică firului filat pe același utilaj care execută în proces continuu etirarea și ulterior texturarea. Schema de principiu a unei astfel de mașini este redată în fig. 100.

În fig. 101 este prezentată mașina Crimposet pentru etirarea și texturarea firelor tip covor, care funcționează cu un singur post.

Această mașină poate textura fire pînă la 4 000 den, colectînd într-un singur cablu firul de la 3—4 bobine de filare. Este una dintre primele mașini construite în acest scop.

Mașinile de mare productivitate sînt construite cu mai multe posturi (agregate). Fig. 102 prezintă o unitate din mașina agregat cu 10 posturi fabricată în R. S. Cehoslovacia.

Pînă în prezent cele mai răspîndite fire-benzi de tip covor sînt cele din poliamide și polipropilenă.

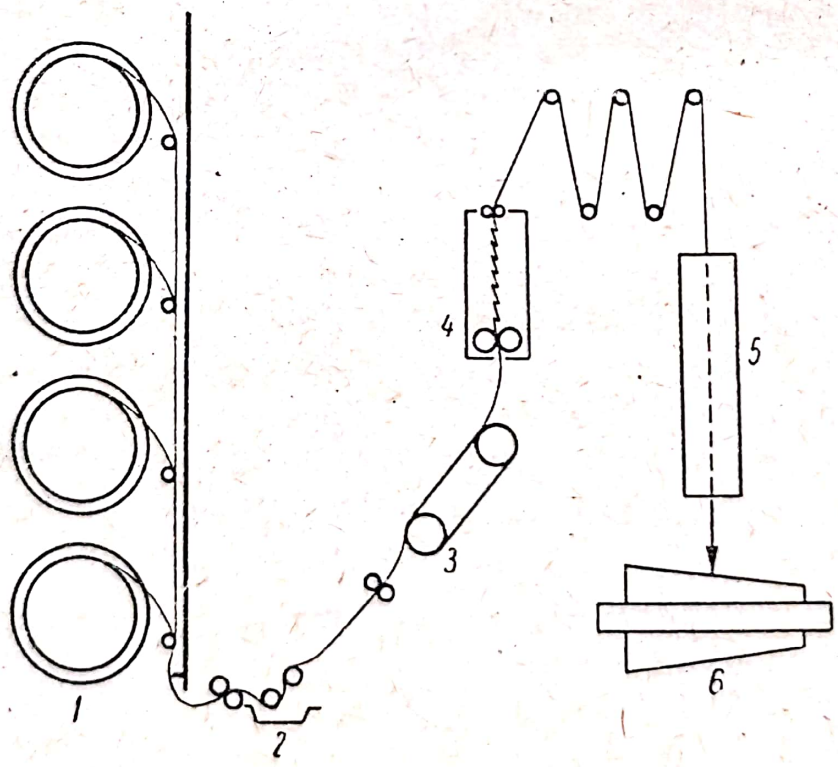


Fig. 100. Schema de principiu a mașinii de etirare-texturare :

1 — gater pentru patru bobine ; *2* — role pentru avivare-înaintare ; *3* — role de etirare caldă ; *4* — cameră de texturare prin comprimare ; *5* — cameră de fixare ; *6* — broșă de bobinare.

Scanned with OKEN Scanner

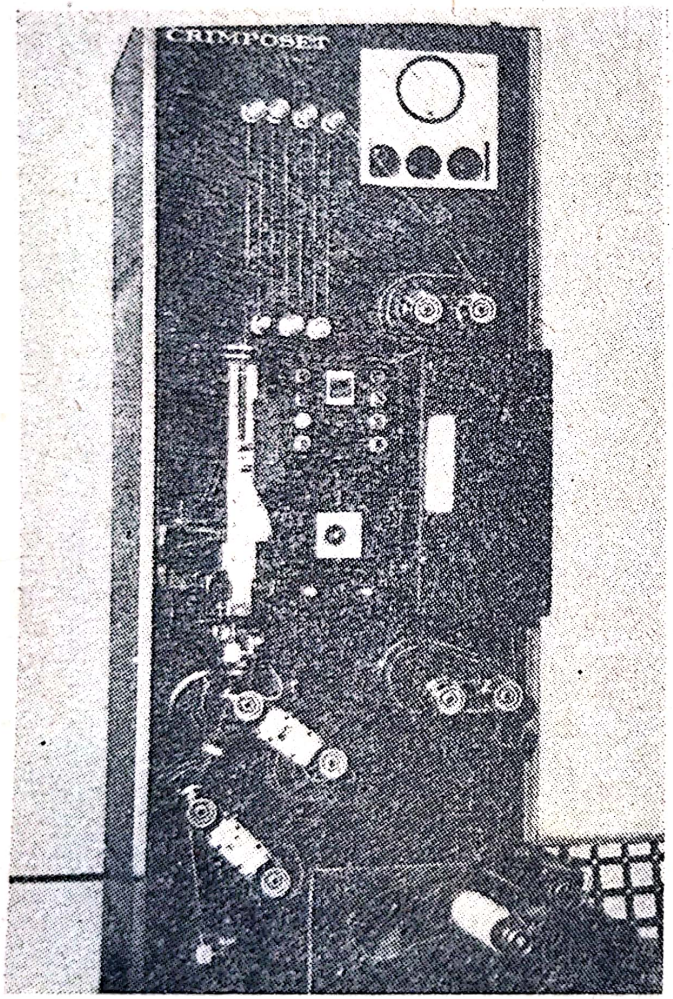


Fig. 101. Vederea mașinii Crimposet pentru etirarea și texturarea firelor tip covor.

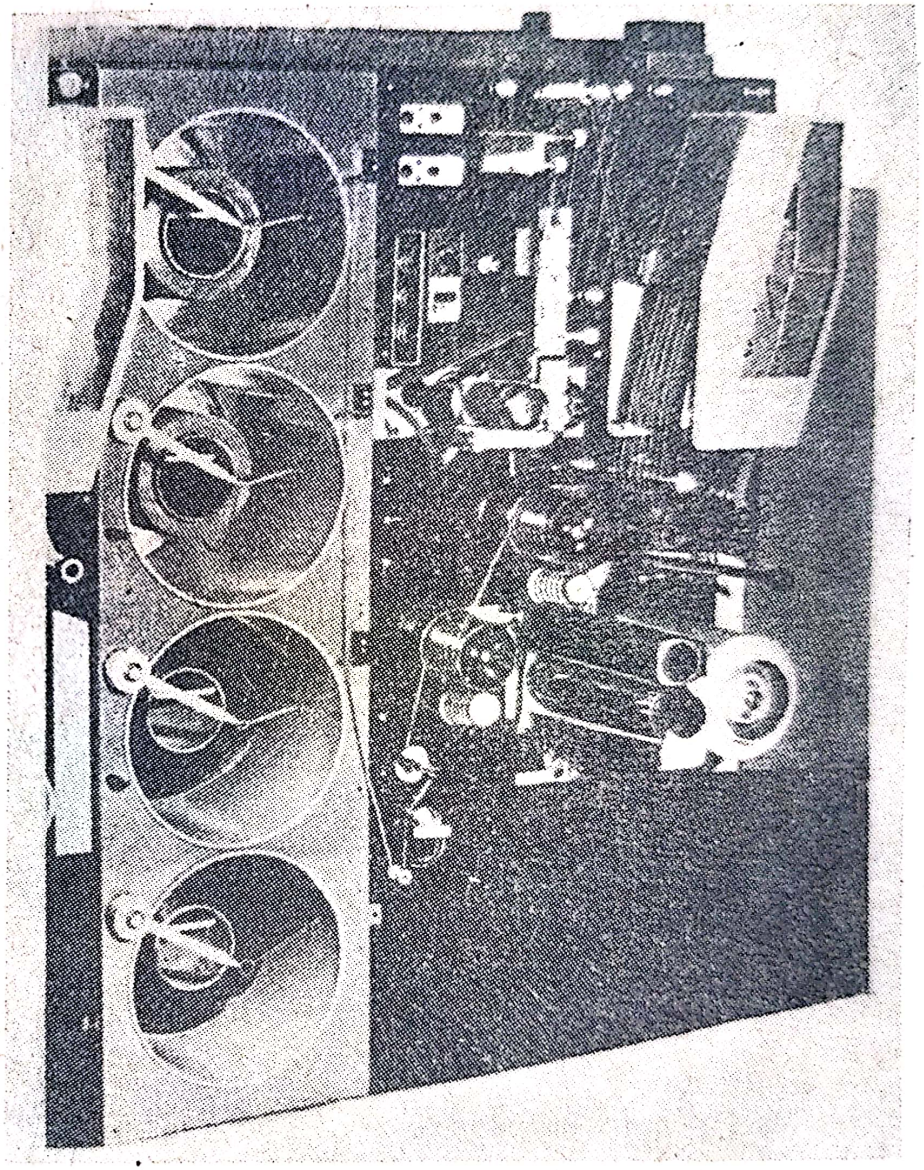


Fig. 102. Mașina de etirare-texturare cu mai multe posturi

Aplicînd vopsirea într-o fază preliminară obținerii firului, avantajele economice devin mai mari, cu mențiunea că instalația se adaptează corespunzător pentru obținerea firului vopsit.

Datorită avantajelor economice și estetice ale acestui fir procedeul a fost răspîndit mult în ultimii ani.

În fig. 103 este prezentată mașina agregat de construcție R.D.G. care funcționează cu 15 posturi. Acest utilaj prezintă avantajul unei productivități mai mari, întreținere mai ușoară, uniformitate datorită antrenărilor comune a posturilor.

Pentru a se asigura prelucrabiltatea pe mașinile de mare productivitate, de confecționat covoare, după texturare firul este torsionat cu o valoare redusă de circa 80 răs/m, pentru protejarea filamentelor la frecare. După răsucire firele se bobinează pe bobine mari de 5—6 kg, care se alimentează direct la consumator, pe gaterul mașinii de covoare.

Tehnologia îmbunătățită aplicată la C.F.S. Săvinești prevede executarea acestor două operații pe un singur utilaj, care realizează răsucirea prin dublă torsiune și depunerea pe bobine conice de 5—6 kg.

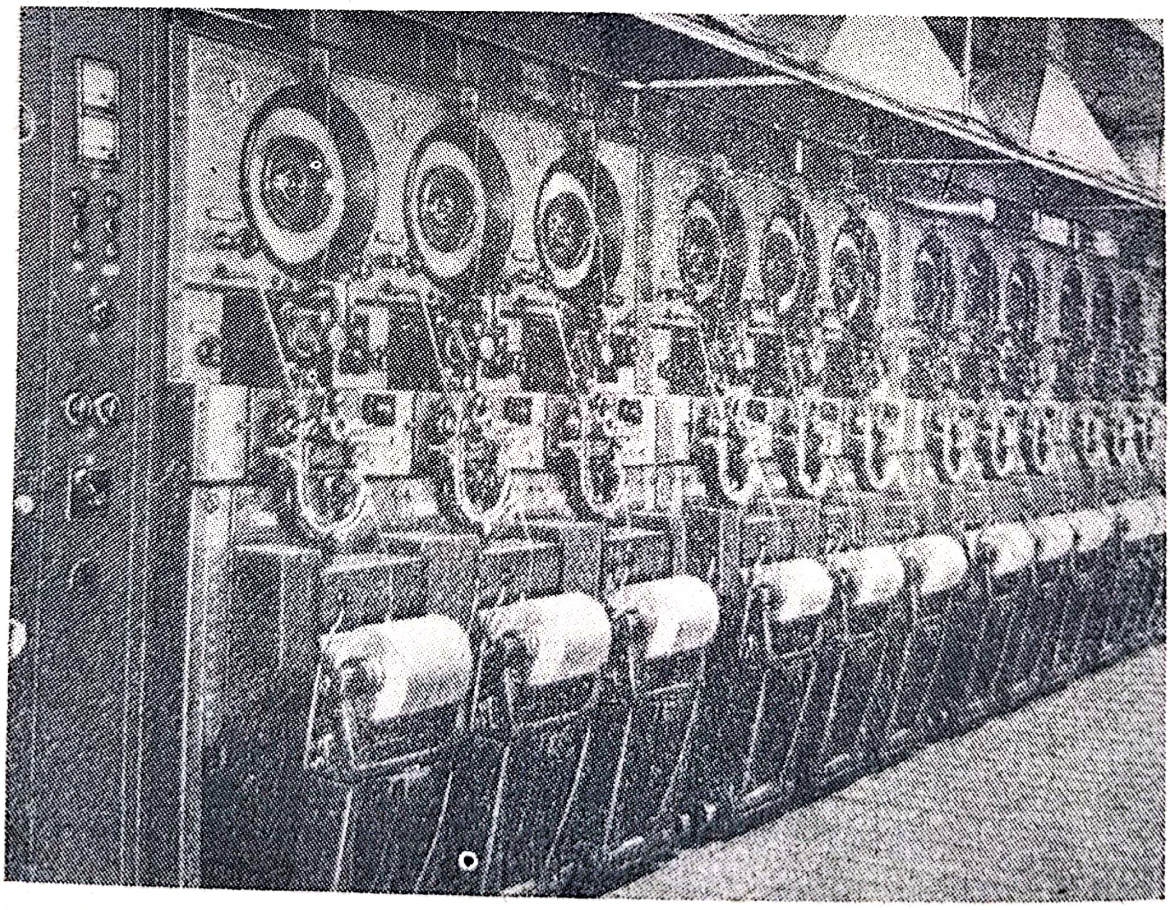


Fig. 103. Mașina de etirat și texturat fire poliamidice tip covor.

Scanned with OKEN Scanner

Procedeul de texturare în benzi de 1 000 den se poate aplica și în cazul unui filament de bază mic, 2—3 den, în care caz se pot obține fire pentru tricotaje manuale sau articole de sport cu aspecte deosebite.

Firele texturate tip covor se extind în continuare foarte mult, pentru că se realizează în condiții economice și se pretează la prelucrarea pe utilaje de mare viteză (TUFTING).

Proprietățile pe care le conferă asigură atît estetica produselor (covoare, stofe de mobilă), cît și rezistență la uzură, la lumină etc.

În etapa actuală se lucrează la extinderea sortimentelor și la utilizarea unui polimer modificat care să elimine încărcarea electrostatică la purtare.

În etapa 1981—1985 se dezvoltă producția de fire texturate pentru covoare și pentru polipropilenă, utilizînd instalații de filare-etirare-texturare continuă pe același agregat de productivitate superioară.

Capitolul XII

VOPSIREA FIBRELOR CHIMICE

A. CONSIDERAȚII GENERALE ASUPRA PROCESELOR DE VOPSIRE

Fibrele chimice în procesul de fabricație prezintă, în general, un grad de alb de diferite intensități, care, de obicei, se numește „alb natur“ sau „alb brut“. Pentru obținerea unui grad de alb avansat se iau măsuri tehnologice speciale în fabricație, și anume, se aplică procedee continue de albire chimică sau optică. Fibrele albite se utilizează numai pentru articole care rămîn albe în produsul finit.

Atît fibrele naturale cît și cele chimice, pentru a fi utilizate eficient în produse textile diferite, cu asigurarea unei baze suficiente de creație, sînt supuse operațiilor de vopsire într-un moment convenabil în timpul prelucrării.

Scanned with OKEN Scanner

Procesul de vopsire. Este operația prin care un material textil, sub diferite forme, imersat într-o soluție de colorant ales corespunzător cu natura fibrei care constituie materialul textil, preia colorantul din soluție, micșorînd concentrația soluției de colorant, fenomen care se poate urmări cu ochiul liber și se poate măsura cantitativ.

Materialul textil preia (absoarbe) colorantul și în funcție de condițiile de aplicare se colorează corespunzător cu colorantul sau amestecul de coloranți, iar cînd această preluare este totală, momentul se numește *epuizare*.

Gradul de epuizare se definește ca raportul procentual între concentrația inițială și concentrația finală a colorantului din baia de vopsire.

În practică, la conducerea operațiilor de vopsire, în funcție de rețetele stabilite, se urmărește atingerea unui înalt grad de epuizare, atît din motive de economicitate, dat fiind valoarea ridicată a colorantului, pentru asigurarea reproducerii nuanțelor, cît și din obligativitatea de a denociviza apele reziduale de resturile de coloranți în limitele admise.

Vopsirea materialelor textile se aplică în mediu apos. În ultimii ani s-au elaborat metode de vopsire în mediu organic, utilizîndu-se diferiți solvenți, dar aceste procedee nu s-au impus încă industrial din motive tehnico-economice.

Procesul de absorbție a colorantului, așa cum este numită trecerea coloranților din flotă în materialul textil, nu este un fenomen unitar, ci este rezultanta unei succesiuni de procese fizice, chimice și fizico-chimice în diferite momente ale operației la care participă colorantul și materialul textil sub influența mai multor factori. De aceea, teoria proceselor de vopsire este complexă și depinde de sistemul tinctorial (sistemul colorant-fibră).

O definiție mai cuprinzătoare pentru un proces de vopsire ar fi următoarea : *„vopsirea fibrelor textile este operația prin care se introduce și se fixează moleculele de colorant în spațiile intermoleculare și în lanțurile macromoleculare ale materialului supus vopsirii, conferindu-i nuanțele dorite“.*

Datorită faptului că structura fizică și structura chimică a fibrelor care constituie materialul textil determină mecanismul și procesul de vopsire, nu se poate elabora, din punct de vedere teoretic, o concepție unitară.

Indiferent de mecanismul de vopsire în cauză, se poate preciza că un proces de vopsire se caracterizează prin următoarea succesiune de momente :

Scanned with OKEN Scanner

a) difuziunea colorantului din flota de vopsire spre suprafața materialului fibros ;

b) adsorbția colorantului la suprafața materialului fibros ;

c) difuziunea colorantului în interiorul fibrei ;

d) fixarea colorantului în materialul fibrei (în funcție de afinitatea față de polimerul care constituie fibra).

Se înțelege prin *afinitate față de o anumită clasă de coloranți,* capacitatea fibrei de a fixa chimic sau fizic colorantul cu o stabilitate corespunzătoare condițiilor de purtabilitate a materialului textil.

Atît afinitatea față de diferitele clase de coloranți existente cît și valorile de stabilitate ulterioară determină utilizarea industrială a acestora.

Fiecare tip de fibră, în funcție de polimerul din care este constituită, are afinitate pentru o clasă sau mai multe clase de coloranți, iar procesul de vopsire impus prezintă aspecte teoretice și practice specifice.

De aceea, este mai util, pentru o mai ușoară sistematizare, să se explice toate fenomenele care au loc în procesele de vopsire și procedeele aplicate industrial, separat pentru principalele cazuri cunoscute.

Un corp apare colorat ca urmare a intervenției a trei factori :

— sursa de lumină care cade pe corpul în cauză ;

— corpul colorat care absoarbe lumina sau radiația incidentă ;

— ochiul care recepționează lumina remisă de corpul colorat.

Lumina pe care o poate percepe ochiul se situează în domeniul 400—700 mμ, cunoscut sub denumirea de *spectru vizibil* care se știe că este compus din mai multe radiații (violet — albastru — verde — galben — portocaliu — roșu — indigo).

Corpurile modifică lumina care cade asupra lor prin absorbție selectivă, în sensul că un corp apare colorat într-o anumită culoare pentru că a absorbit toate culorile spectrului, în afară de radiația complementară celei pe care o remite (culoarea proprie).

Fiecare culoare (nuanță) are o valoare în spectrul vizibil măsurabilă în mμ, prin diferite mijloace tehnice. Pentru caracterizare se utilizează termenul de *lungime de undă a culorii,* care se măsoară și este caracteristică pentru o anumită nuanță.

Scanned with OKEN Scanner

a) difuziunea colorantului din flota de vopsire spre suprafața materialului fibros ;

b) adsorbția colorantului la suprafața materialului fibros ;

c) difuziunea colorantului în interiorul fibrei ;

d) fixarea colorantului în materialul fibrei (în funcție de afinitatea față de polimerul care constituie fibra).

Se înțelege prin *afinitate față de o anumită clasă de coloranți,* capacitatea fibrei de a fixa chimic sau fizic colorantul cu o stabilitate corespunzătoare condițiilor de purtabilitate a materialului textil.

Atît afinitatea față de diferitele clase de coloranți existente cît și valorile de stabilitate ulterioară determină utilizarea industrială a acestora.

Fiecare tip de fibră, în funcție de polimerul din care este constituită, are afinitate pentru o clasă sau mai multe clase de coloranți, iar procesul de vopsire impus prezintă aspecte teoretice și practice specifice.

De aceea, este mai util, pentru o mai ușoară sistematizare, să se explice toate fenomenele care au loc în procesele de vopsire și procedeele aplicate industrial, separat pentru principalele cazuri cunoscute.

Un corp apare colorat ca urmare a intervenției a trei factori :

— sursa de lumină care cade pe corpul în cauză ;

— corpul colorat care absoarbe lumina sau radiația incidentă ;

— ochiul care recepționează lumina remisă de corpul colorat.

Lumina pe care o poate percepe ochiul se situează în domeniul 400—700 mμ, cunoscut sub denumirea de *spectru vizibil* care se știe că este compus din mai multe radiații (violet — albastru — verde — galben — portocaliu — roșu — indigo).

Corpurile modifică lumina care cade asupra lor prin absorbție selectivă, în sensul că un corp apare colorat într-o anumită culoare pentru că a absorbit toate culorile spectrului, în afară de radiația complementară celei pe care o remite (culoarea proprie).

Fiecare culoare (nuanță) are o valoare în spectrul vizibil măsurabilă în mμ, prin diferite mijloace tehnice. Pentru caracterizare se utilizează termenul de *lungime de undă a culorii,* care se măsoară și este caracteristică pentru o anumită nuanță.

Scanned with OKEN Scanner

B. CLASELE DE COLORANȚI PENTRU VOPSIREA FIRELOR ȘI FIBRELOR CHIMICE

1. SCURT ISTORIC

Operația de vopsire a produselor textile este cunoscută din antichitate pe baza coloranților naturali extrași din plante și animale. Dificultățile de procurare a surselor de coloranți și metodele rudimentare de extracție și aplicare au limitat posibilitățile cantitative, în mare parte fiind accesibile numai claselor avute ale societății (ex. purpura).

Coloranții naturali au devenit insuficienți ca sortimente și cantitate, în momentul în care invențiile care au dezvoltat mașinile textile au permis creșterea producției de materiale destinate îmbrăcămintei.

Începînd cu secolul XIX, odată cu afirmarea chimiei organice s-a deschis nu drum nou, obținîndu-se coloranți sintetici.

Știința și tehnica modernă a contribuit la creșterea rapidă a claselor de coloranți și procedeelor noi de sinteză care se dezvoltă încontinuu.

Coloranții organici de sinteză, de la primele sinteze obținute, au cunoscut pînă astăzi un drum ascendent ca varietate și volum.

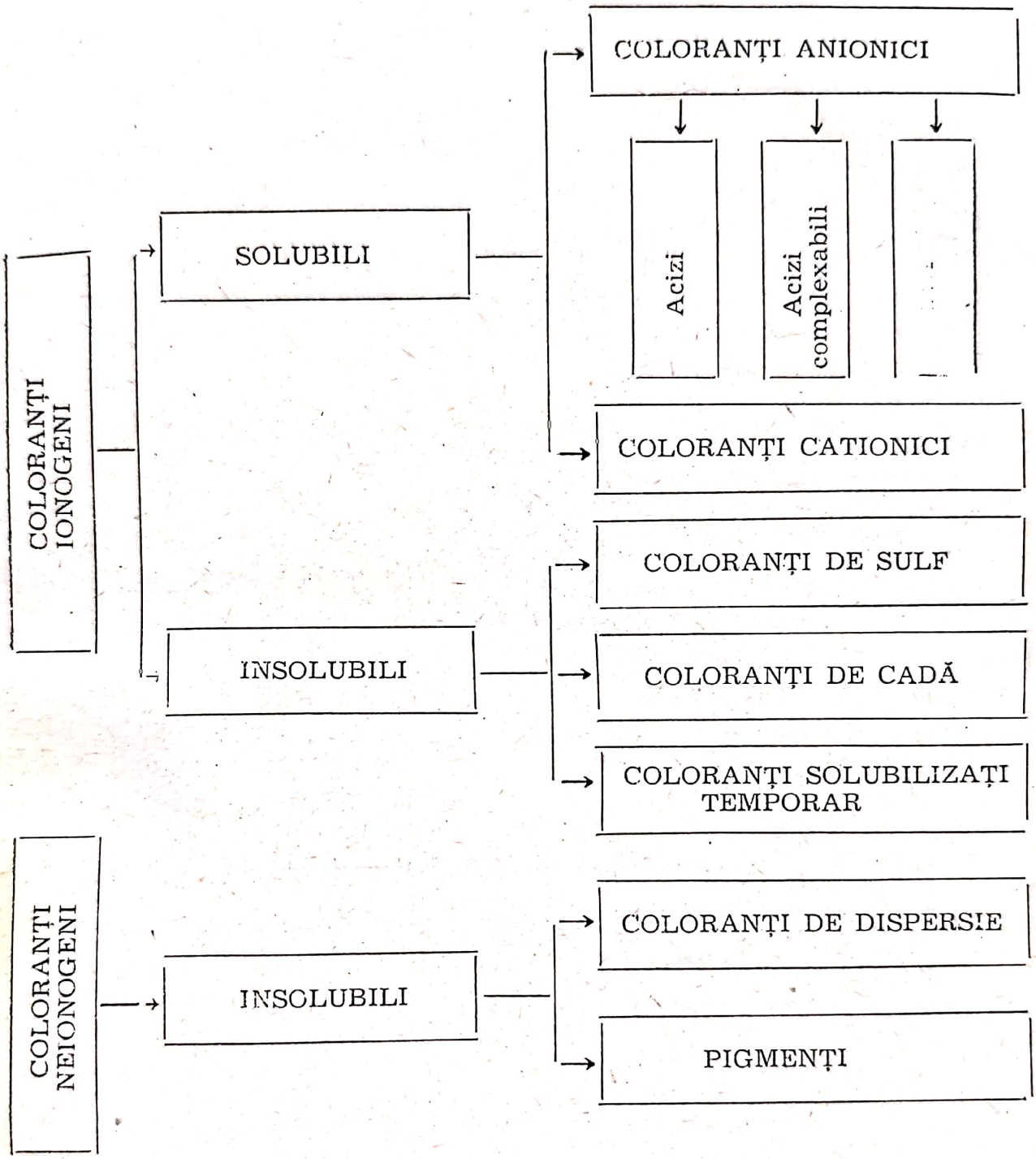
Odată cu dezvoltarea rapidă a fibrelor sintetice în ultimii ani, s-a impus crearea unor clase de coloranți speciali, cu proprietăți chimice adecvate și costuri diminuate, la care au contribuit oamenii de știință din întreaga lume și la care și-a adus aportul și țara noastră. Chimia și tehnologia coloranților a fost și este una din cele mai complexe părți ale chimiei organice.

2. CLASIFICAREA COLORANȚILOR

Clasificarea coloranților organici de sinteză poate fi făcută după *structura chimică*, ceea ce nu prezintă posibilitatea practică de folosire, întrucît ar putea fi luată în considerare numai grupa cromoforă (grupa care imprimă culoarea) sau după *criteriile tehnologice* care reflectă însușirile coloristice ale coloranților în funcție de cele ale fibrelor și metodelor de aplicare.

Pentru practică cea mai eficientă este *clasificarea tehnologică* a coloranților care este prezentată în schema alăturată.

Scanned with OKEN Scanner



3. MECANISMUL DE FIXARE A COLORANȚILOR

Mecanismul de fixare a coloranților la fibrele textile este determinat de natura chimică a clasei de coloranți și de grupele chimice specifice polimerului din care este constituit materialul textil.

Pe baza schemei de mai sus și tabelului 41 privind afinitatea claselor de coloranți în funcție de natura fibrei, se va explica prin-

Afinitatea claselor de coloranți în funcție de natura fibrei

Tabelul 41

Tipul fibrei	Clasele de coloranți comercializate								
	Acizi	Direcți	Complexabili	Cationici	Metal complecși	Cadă	Dispersie	Reactivi	Sulf
A. *Fibre naturale*									
— bumbac	—	++		—		++	—	++	++
— lînă	++	×	++	—	++	×	—	+	—
— mătase	++	+	+	—	++	×	—	—	—
B. *Fibre artificiale*									
— celulozice-viscoză	—	++	—	—	—	++	—	+	+
— esteri-celulozice	—	—	—	—	—	—	++	+	—
— proteice	++	+	—	+		×			
C. *Fibre sintetice*									
— poliamidice	++	++	—	×	++	×	++	+	—
— acrilice normale	—	—	—	++	—	—	++	—	—
— acrilice speciale	++	—	—	++	—	—	++	—	—
— poliesterice	—	—	—	—	—	—	++	—	—
— poliesterice modificate	—	—	—	++	—	—	++	—	—
— polipropilenice	—	—	—	—	—	—	×	—	—
— polipropilenice modificate	—	—	—	++	—	—	++	—	—
— polivinilalcoolice	—	++		—	++		—	—	+

Legenda : — nu are afinitate utilizabilă ;
× afinitate redusă, nu se aplică industrial sau nu permite aplicarea ;
+ are afinitate mediocră sau este depășit tehnic ;
++ afinitate bună, se aplică industrial la noi și pe plan mondial.

Scanned with OKEN Scanner

cipial mecanismul pentru fiecare din clasele de coloranți care prezintă importanță pentru industria de fibre chimice.

a. **Coloranți acizi.** Coloranții acizi pot fi utilizați pentru firele și fibrele care posedă grupări chimice capabile să reacționeze cu coloranții, fixîndu-se prin legături chimice (bazice).

Fibrele cu grupa NH_2 în lungimea lanțului macromolecular sînt capabile să reacționeze cu coloranții acizi — (care posedă grupe acide).

În aceste categorii se încadrează toate fibrele proteice naturale, artificiale și fibrele poliamidice și alte fibre sintetice modificate chimic special pentru a conține grupe bazice în scopul de a se putea crea legături chimice cu coloranți acizi. Fibrele proteice au un caracter amfoter, specific aminoacizilor, ceea ce înseamnă că prezintă atît grupe acide cît și bazice, reprezentat simplificat astfel :

$$(HOOC)_m—R—(NH_2)_n$$

în stare ionizată, în mediu apos, unde are loc disocierea acestora, poate fi reprezentat astfel :

$$—OOC—R—NH_2^+$$

În mod similar se comportă și fibrele poliamidice ; avînd caracter amfoter, procesul de vopsire se petrece după mecanismul specific fibrelor de lînă, mătase naturală etc., formînd legături electrovalente prin combinarea colorantului cu grupele NH_2 ale fibrei.

Coloranții acizi pe fibrele poliamidice dau vopsiri rezistente și sînt utilizați industrial pe scară largă. Există coloranți acizi selecționați pentru fibrele poliamidice care prezintă egalizări superioare.

b. **Coloranți complexabili.** Sînt coloranții acizi care se fixează în două trepte.

În prima treaptă a vopsirii coloranții reacționează cu grupele aminice terminale ale fibrei prin legături ionice, iar în a doua treaptă atomii de Cr prin postratare sau simultan cu vopsirea formează legături coordinative la produsul colorant — fibră.

Coloranții acizi complexabili sînt utilizați pentru fibrele poliamidice.

Procedeul se caracterizează prin aceea că după ce s-a efectuat legarea chimică a colorantului de fibră prin legături ionice se continuă tratarea materialului textil, adăugîndu-se în flotă ionii de crom (bicromat de potasiu sau sodiu), care formează legături coordinative cu sistemul colorant fibră.

c. **Coloranți acizi complexați.** Sînt coloranții acizi care conțin crom în moleculă, în raport 1 : 1 sau 2 : 1 față de molecula colorantului.

Scanned with OKEN Scanner

Coloranţii complexaţi 2 : 1 sînt utilizaţi cu rezultate bune pentru vopsirea fibrelor poliamidice, legarea chimică cu fibra avînd loc după două mecanisme : 1) un mecanism ionic ca urmare a reacţiei chimice între grupele aminice ale fibrei şi anionul colorant care poate avea loc numai pînă la saturarea grupelor existente ; 2) în continuare, la concentraţii mai mari de colorant, are loc un proces neionic de dizolvare a colorantuui în fibră.

Fibrele polivinilalcoolice prezintă, de asemenea o afinitate foarte bună pentru coloranţi complexaţi 2 : 1.

d. **Coloranţi direcţi.** Sînt coloranţii care au afinitate (substantivitate) pentru fibrele celulozice, fibrele proteice şi fibrele poliamidice.

În cazul fibrelor celulozice naturale sau regenerate (vîscoză) fixarea coloranţilor direcţi are loc datorită legăturilor de hidrogen care se stabilesc între grupele OH din macromoleculele fibrei şi mai multe grupe din molecula colorantului.

Grupele din structura chimică a coloranţilor direcţi capabile să formeze legături de hidrogen sînt :

$$-N=N-;-OH;-NH_2;-NHR;-OR;-NR_1R_2$$

De asemenea, substantivitatea este determinată de atracţia între coloranţi şi fibră (dipoli) şi forţe de dispersie nepolare care se stabilesc între părţile hidrofile ale colorantului şi fibrei.

Fibrele poliamidice se pot vopsi cu coloranţi direcţi, ceea ce se aplică industrial la scară mare. În cazul vopsirii fibrelor poliamidice cu coloranţi direcţi mecanismul este similar cu vopsirea cu coloranţi acizi cu formarea legăturilor electrovalente între anionul colorant şi grupele NH_2 ale macromoleculelor poliamidice, formîndu-se în acelaşi timp legături polare şi nepolare, ca şi în cazul fibrelor celulozice.

e. **Coloranţi cationici.** Cea mai importantă aplicare a coloranţilor cationici este la vopsirea fibrelor acrilice.

Caracterul cationic al acestor coloranţi este imprimat de prezenţa grupelor cuaternare de amoniu.

Grupele acide din macromoleculele fibrei polinitrilacrilice reacţionează în procesul de vopsire cu grupele bazice ale coloranţilor cationici formînd legături chimice stabile, ceea ce determină rezistenţă bună în produsul finit.

Aceste grupe terminale în fibre polinitril-acrilice provin din catalizatorul utilizat la polimerizare (persulfat de amoniu) şi pot fi sulfonice sau sulfat :

$$(-OSO_3H)$$

Scanned with OKEN Scanner

În funcție de inițiatorul utilizat la obținerea polimerului, grupele terminale pot fi diferite :

$$R-OSO^-_3H^+ + (Na^+) + C^+A^- \rightleftarrows R-OSO^-_3C^+ + A^-H^+(Na^+)$$

În cazul nostru avem de-a face cu o fibră anionică cu grupe terminale sulfat, datorită utilizării persulfatului în procesul de obținere a polimerului. În R. S. România s-a dezvoltat producția de coloranți cationici tocmai corelat cu dezvoltarea fibrelor acrilice, motiv pentru care s-a dat denumirea comercială „Melacril". Culorile obținute pe fibre acrilice cu coloranți cationici sînt culori strălucitoare și rezistente.

f. **Coloranți de dispersie.** De mare importanță pentru vopsirea îmbunătățită a produselor din fibre sintetice s-a evidențiat clasa coloranților de dispersie care permite aplicarea practică pentru mai multe tipuri de fibre, iar pentru cazul fibrelor poliesterice este singura categorie de coloranți aplicabilă în prelucrarea textilă.

Coloranții de dispersie nu sînt solubili în apă, ei fiind dispersați în flotă, de unde le-a rămas și denumirea. Structura chimică a coloranților de dispersie se caracterizează prin prezența de grupe : $—NO_2$; $—NH_2$; $—NHR$; NR_2; $—OC_2H_5$; $—CH_2—CH_2—OH$.

Grupele NO_2 și OH conferă un caracter slab acid coloranților, iar grupele aminice un slab caracter bazic.

Se utilizează pentru fibre : celulozice, poliamidice, poliesterice și fibre polinitrilacrilice. Alegerea este determinată și de nuanțele cerute.

Fixarea coloranților de dispersie în fibrele chimice se bazează pe un proces de dizolvare în fibră, din care cauză rezistențele la spălare sînt mai slabe decît în cazul legăturilor chimice colorant-fibră.

În ultimii ani, industria de coloranți din R. S. România a dezvoltat producția pentru o gamă suficientă de coloranți de dispersie la „Colorom" Codlea, special pentru asigurarea finisării produselor din fire sintetice.

C. AUXILIARI UTILIZAȚI ÎN VOPSIREA FIBRELOR CHIMICE

1. UNELE CONSIDERAȚII GENERALE ÎN PROCESELE DE VOPSIRE

Operațiile de vopsire a materialelor textile, și în special cele din fibre chimice, nu pot fi efectuate corect numai în prezența coloranților în flota de vopsire.

Scanned with OKEN Scanner

În practica industrială, tehnica vopsirii trebuie să ia în considerare aspectele principale care determină aplicarea procedeului și anume :

a) *factorii tehnici care să asigure calitatea produselor finite :*
— uniformitatea vopsirilor ;
— reproducerea nuanțelor ;
— rezistența vopsirilor la tratamente umido-termice ulterioare ;
— asigurarea tușeului fixat corespunzător ;

b) *factorii economici care să asigure eficiența operațiilor de vopsire :*
— productivitatea mare pe operație (aparate) ;
— realizarea de șarje cît mai mari ;
— rețete economice din punct de vedere al coloranților și auxiliarilor ;
— costuri minime pe kg de material din punct de vedere al manoperei și consumului de utilități.

Asigurarea rezultatelor satisfăcătoare pentru ambele categorii de factori reprezintă de fapt totalitatea condițiilor practice pentru alegerea tehnologiei optime de vopsire.

În aplicarea operațiilor de vopsire primează asigurarea factorilor care determină calitatea produselor finite prezentate mai înainte.

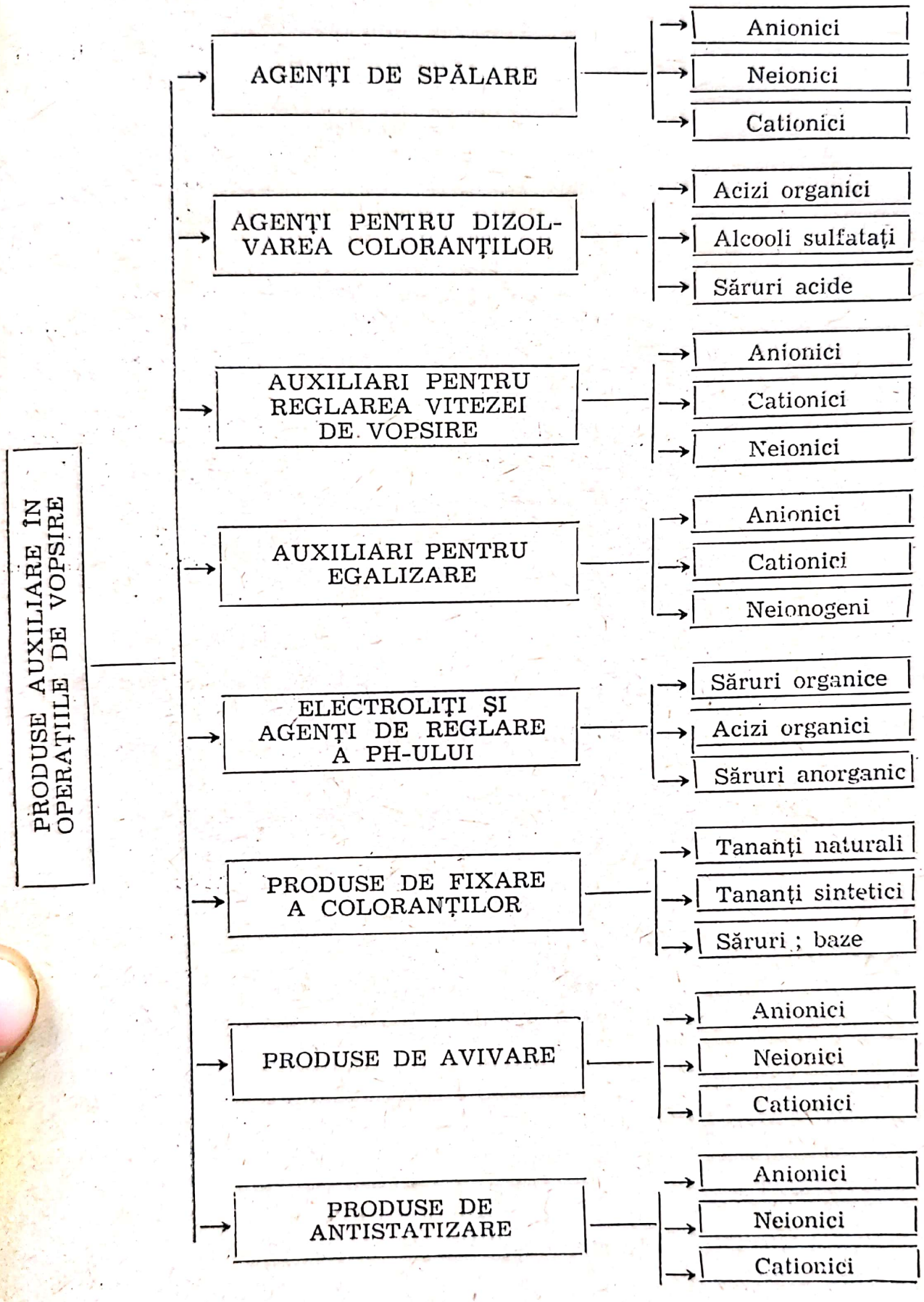
Viteza de vopsire a produsului supus vopsirii este caracteristica de bază pentru stabilirea procesului de vopsire în vederea asigurării uniformității, aspectul final al materialului.

Viteza de vopsire depinde de specificul fibrei, de clasa de coloranți și poate fi cercetată prin tehnica aplicată, în sensul asigurării uniformității și rezistenței vopsirilor.

Produsele auxiliare utilizate în practica vopsirii au tocmai rolul de a deplasa procesul de vopsire în sensul urmărit în funcție de tipul de fibră, specificul ei, specificul aparaturii de care se dispune. Cu aceste elemente introductive se ajunge la următoarea definiție : *„auxiliarii de vopsire sînt produse chimice care participă la operația de vopsire și sînt selecționați corespunzător pentru asigurarea calității vopsirii“.*

Clasificarea produselor auxiliare de vopsire în funcție de rolul pe care acestea îl au în procesul de vopsire este prezentată în schema alăturată.

Scanned with OKEN Scanner



Scanned with OKEN Scanner

Aceste produse pot fi utilizate în diferite proporţii, după receptura aplicată, introduse simultan sau treptat în diferite momente ale operaţiei.

La alegerea produselor, proporţiei şi numărului de componenţi auxiliari se studiază în paralel şi aspectele economice, pentru a se folosi numai cît este necesar şi cu maximum de eficienţă asupra calităţii.

Personalul care conduce şi operează instalaţia de vopsire a produselor din fibre chimice trebuie să studieze continuu îmbunătăţiri la reţetele şi procedeele pentru realizarea calităţii, reducerea costurilor şi creşterea gamei de nuanţe.

Auxiliarii de vopsire sînt livraţi de diferite firme specializate din lume sub denumiri comerciale, din care cauză nu se poate cunoaşte totdeauna compoziţia chimică.

Industria chimică din R. S. România produce o gamă largă de auxiliari de vopsire care se utilizează curent în industria textilă şi care se va dezvolta în continuare.

D. SORTIMENTE VOPSITE ÎN PROCESELE DE FABRICARE A FIBRELOR

În fazele de fabricare a fibrelor chimice este posibilă aplicarea unor procedee de vopsire care să permită obţinerea directă a produsului finit colorat. Se cunosc mai multe procedee, în funcţie de natura fibrei şi de specificul procesului tehnologic. Toate se aplică industrial, într-o proporţie mai mare sau mai mică, şi prezintă interes economic. Aceste procedee sînt :

— vopsirea în masă ;
— vopsirea în gel ;
— vopsirea în cablu.

Toate aceste procedee se aplică industrial într-o măsură mai mică sau mai mare, în funcţie de cerinţele consumatorilor sau condiţiile instalaţiilor de producere a fibrelor, în diferite variante tehnologice.

În ultimii ani interesul pentru vopsirea fibrelor în procesele chimice a crescut continuu, iar în momentul de faţă se prevede în

Scanned with OKEN Scanner

unităţile din R. S. România dezvoltarea capacităţilor de producţie pentru toate tipurile de fibre colorate.

Acest interes este determinat în primul rînd de avantajele economice rezultate din reducerea consumurilor energetice, a manoperei, diminuarea pierderilor de coloranţi, simplificarea condiţiilor de denocivizare a apelor reziduale în comparaţie cu vopsirile ulterioare aplicate în industria textilă şi în al doilea rînd datorită creşterii valorii producţiei cu 30—35%, se asigură loturi mari din aceeaşi nuanţă şi oferă posibilităţi de creaţie mai variate în prelucrare.

Vopsirea în masă. Prin vopsirea în masă se înţelege introducerea pigmenţilor-coloranţi direct în soluţia de filare sau într-o fază preliminară filării, pentru obţinerea direct a firelor sau fibrelor colorate. Acest procedeu a avut iniţial importanţă pentru că se puteau vopsi fibrele din polimeri care nu au grupe reactive la coloranţi şi prezintă capacitate tinctorială redusă. Procedeul este avantajos şi pentru tipurile de fibre care au capacitate tinctorială mare, cum sînt : fibrele celulozice, fibrele poliamidice, copolimeri acrilici etc., întrucît se reduc toate manipulările şi operaţiile de la vopsirea fibrei în prelucrarea textilă.

Procedeul se poate aplica în mai multe cazuri.

La filarea din soluţie, aceasta se realizează curent prin injectarea unei soluţii colorate în soluţia normală cu o fază de omogenizare intensivă, înainte de alimentare la maşina de filat. Acest procedeu se aplică curent la filarea umedă pentru fibre acrilice şi fibre viscoză. Procedeul permite aplicarea vopsirii cu deşeuri minime, fără să influenţeze întregul circuit de filare. Pigmenţii coloranţi sînt special trataţi cu un agent de dispersare care să ajute prepararea soluţiilor de filare.

La fibra melana se utilizează curent şi se dezvoltă în continuare colorarea în masă, după un procedeu practic şi eficient realizat prin cercetări proprii. Procedeul şi instalaţia prevăd două operaţii principale :

— *prepararea unei soluţii colorante* prin dispersia pigmentului colorant într-o soluţie de polimer în solventul de filare, cu ajutorul unui aparat special numit *„moară cu perle“*.

Raportul polimer/solvent/pigment precum şi timpul de măcinare şi dispersare este specific fiecărui pigment. Pasta colorantă obţinută trebuie să se încadreze într-o curbă granulometrică corespunzătoare filajului.

Scanned with OKEN Scanner

Stabilirea acestor condiții s-a studiat pentru fiecare caz în parte la microscopul electronic.

În aplicarea practică se verifică stabilitatea, filtrabilitatea, granulația medie a particulelor etc. ;

— *soluția colorantă preparată* ca mai sus se dozează în soluția albă în proces continuu, la raportul necesar pentru nuanța dorită, în conducta prin care se transportă soluția la mașina de filaj. În această trecere soluțiile se omogenizează rapid și intensiv cu ajutorul unor elementi statici, fără consum de energie.

Prepararea pastelor concentrate după acest procedeu se aplică la toate tipurile de fibre cu alegerea corespunzătoare a mediului de dispersie a coloranților etc.

La Combinatul de fibre artificiale Brăila sînt amenajate mai multe linii de vopsire pe același principiu, dispersia de colorant în acest caz se prepară în soluție alcalină, care se dozează în viscoza de filare înaintea omogenizatorului intensiv. Pigmenții folosiți din import poartă denumirea de *microsoli*. În prezent se produc în țară coloranți de acest tip, numiți „Micradis".

La filarea din topitură, în produsele care se filează (prin faze de granule) se pot introduce coloranții prin mai multe procedee :

— pudrarea coloranților pe granule și fixarea acestora prin intermediul unui adeziv plastifiant ;

— injectarea pigmenților dispersați într-un mediu topit miscibil cu polimerul înainte de filare ;

— utilizarea unor granule concentrate preparate anterior, care se amestecă sub granulele albe într-un anumit raport ; procedeul este cunoscut sub numele de „Master Baci" și se aplică de predilecție la filarea polipropilenei ;

— depunerea colorantului dizolvat pe granule, prin vopsirea obișnuită în suprafață, urmată de omogenizarea granulelor spălate și uscate și filarea acestora (se aplică la fire covor).

Acest procedeu se poate aplica numai pentru cazul în care colorantul formează legături chimice cu polimerul și este curent folosit cu rezultate bune la firele poliamidice pentru covoare, pe platforma Săvinești.

Operația de vopsire a granulelor se realizează în aceleași utilaje în care se face curent extracția monomerului, în a doua parte a procesului de extracție.

Filarea cu extrudere permite omogenizarea satisfăcătoare în toate cazurile.

Scanned with OKEN Scanner

Uzina de fibre sintetice Iași a fost la început dotată cu o linie de policondensare pentru producerea granulelor negre din care, la filare, se obține fibră vopsită în masă de culoare neagră. Treptat gama de nuanțe s-a extins cu rezultate deosebite pentru unele utilizări și se prevede în continuare dezvoltarea producției colorate atît la fire cît și la fibre.

La polietilentereftalatul obținut în proces discontinuu se obișnuiește să se introducă pigmenți în masa monomerului, în prealabil procesului de policondensare, întocmai ca și introducerea matisantului.

Acest procedeu limitează posibilitățile de obținere a unui număr satisfăcător de nuanțe.

Coloranții pentru vopsirea în masă la filarea din topitură sînt specifici pentru fiecare tip de polimer și trebuie să fie stabili la temperatura de filare.

Vopsirea în gel. Se aplică, în general, la filarea fibrelor acrilice într-o fază în care fibra este neterminată din punct de vedere structural.

Procedeul se aplică continuu pe liniile de filare, într-o fază preliminară uscării.

Procesul de uscare și fixare contribuie la fixarea colorantului în fibră. Procedeul se poate aplica în mai multe variante.

Vopsirea în cablu. Aceasta este o altă formă de vopsire continuă folosită pentru fibrele acrilice, prin aplicarea vopsirii în prealabil uscării pe linia de filare.

Vopsirea în cablu se mai poate aplica și ulterior filării în prelucrarea textilă, la fibrele poliacrilice și poliesterice și permite obținerea directă a palei colorate. În principiu, cablul este trecut continuu într-o fază de impregnare cu soluția de colorant, într-un aparat obișnuit tip „Fulard", după care cablul este transportat continuu într-o zonă de fixare a coloranților, în atmosferă de vapori, la 130—140°C, urmată de spălarea excesului de colorant și uscare (fig. 104).

Procedeul este avantajos economic, iar liniile au capacități mari de producție, în comparație cu procedeele clasice de vopsire. Utilizarea fibrelor colorate permite realizarea unor sortimente speciale (melanjări, efecte) etc.

Procedeul mai poartă denumirea de *termosol*.

În prezent există tendințe de extindere a acestor procedee în diferite variante, la toate tipurile de fibre sintetice.

Scanned with OKEN Scanner

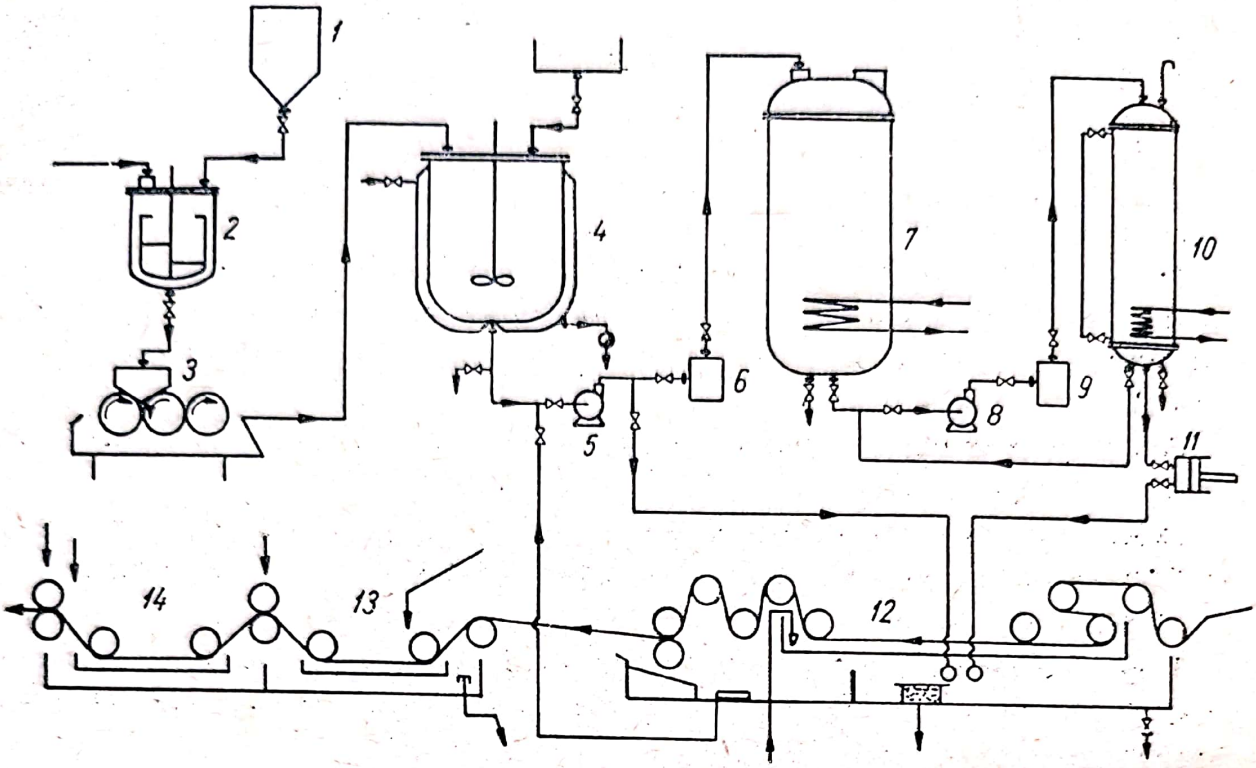


Fig. 104. Schema unei instalații pentru vopsirea continuă în cablu pe linia de fibre acrilice :

1 — vas măsură apă ; *2* — vas ampastare ; *3* — calandru ; *4* — vas dizolvare ; *5* — pompă ; *6* — filtru ; *7* — vas tampon ; *8* — pompă ; *9* — filtru ; *10* — coloană de dozare ; *11* — pompă dozatoare ; *12* — cadă de vopsire ; *13* — cadă de spălare ; *14* — cadă de avivare.

E. PROCEDEE DE VOPSIRE ULTERIOARĂ A FIRELOR ȘI FIBRELOR CHIMICE APLICATE ÎN INDUSTRIA TEXTILĂ

1. GENERALITĂȚI

Procedeele de vopsire cunoscute în tehnică se pot clasifica după următoarele criterii :

— tipul fibrei sau amestecului de fibre din punct de vedere al compoziției chimice ;
— clasa de coloranți utilizați ;
— aparatura folosită ;
— forma materialului textil supus vopsirii.

Problemele legate de tehnica vopsirii formează o specialitate distinctă și nu pot fi tratate complet în acest cadru.

Scanned with OKEN Scanner

Este necesar să se cunoască cele mai importante noţiuni şi aspecte din tehnica vopsirii, în special în legătură cu caracteristicile calitative ale tuturor tipurilor de fibre chimice şi comportarea acestora în operaţiile de finisare textilă.

Se vor trata problemele mai deosebite, specifice fiecărui tip de fibră.

2. VOPSIREA FIBRELOR POLINITRILACRILICE

Fibrele polinitrilacrilice se vopsesc cu coloranţi cationici şi coloranţi de dispersie. Acest tip de fibre prezintă în practică sensibilitate mai mare la vopsire. În acelaşi timp, existenţa unui număr mare de tehnologii de fabricaţie diferite impune studierea independentă, din punct de vedere tinctorial, a fiecărui reprezentant al acestei categorii de fibre, întrucît comportarea la vopsire şi valorile coloristice sînt specifice.

Încă de la apariţia lor fibrele polinitrilacrilice au prezentat dificultăţi mari la vopsire, ceea ce a limitat producţia. Odată cu îmbunătăţirea fabricaţiei acestora prin utilizarea copolimerilor care să asigure atît difuzia coloranţilor cît şi legarea chimică a acestora, producţia fibrelor polinitrilacrilice pe plan mondial s-a dezvoltat mult.

Procedeele de vopsire în finisarea fibrelor polinitrilacrilice au evoluat continuu. Se prezintă în continuare numai procedeele actuale şi tendinţele mai noi în vopsirea acestui tip de fibră.

Fibrele polinitrilacrilice sînt destinate în cea mai mare parte producţiei de tricotaje ca înlocuitor de lînă. În ultimii ani se extind ţesăturile decorative, covoarele şi articolele tip bumbac. În ţara noastră fibra Melana a fost utilizată în special în tricotaje, iar în ultimii ani se extind domeniile de utilizare, ca urmare a experienţei cu beneficiarii externi.

Fibrele se utilizează în următoarele forme principale :

— fibre contractabile (denumite HB sau voluminoase) ;
— fibre necontractabile (sau tratate termic).

Procedeele actuale de vopsire şi aparatura depind de forma în care se găseşte materialul supus vopsirii. Din acest punct de vedere distingem următoarele situaţii :

— vopsirea în fir — sub formă de sculuri sau gatouri (şarje) ;
— vopsirea în cablu — semicontinuu sau continuu ;
— vopsirea în fibră — discontinuu (şarje) ;
— vopsirea în bucată — continuu sau discontinuu pe material textil.

Scanned with OKEN Scanner

Fiecare din cazurile de mai sus sînt aplicate în practică în diferite variante şi necesită aparatură specială în funcţie de forma materialului.

Pentru industria tricotajelor se aplică în cea mai mare parte vopsirea în fire sub formă de scul şi mai puţin în gatouri.

Vopsirea în sculuri — necesită următoarele operaţii :

Spălarea pentru îndepărtarea substanţelor de uleiere din fibră. Acestea se pot îndepărta odată cu vopsirea, iar dacă produsele au caracter anionic se îndepărtează separat, pentru a nu forma precipitate cu coloranţii cationici.

În baia de spălare se utilizează adaosuri de agenţi de spălare şi acid formic care se îndepărtează prin spălare.

Contractarea este operaţia prin care componenta contractibilă din amestecul HB îşi modifică structura prin tratament termic, scurtîndu-se, formînd firul voluminos datorită prezenţei în prealabil a componentei contractibile din amestec.

Contractarea are loc sub acţiunea temperaturii asupra firului relaxat, în diferite medii şi diferite condiţii tehnologice, care determină valoarea procentuală a contracţiei.

Prin această operaţie firul primeşte aspect de lînă, ca urmare a formării unor bucle pe baza componentei care nu-şi modifică lungimea în momentul contractării fibrei contractibile.

Pentru contractarea firelor HB se cunosc mai multe procedee industrializate (v. tabelul 42) :

— contractarea prin vaporizare, preliminar vopsirii. Se aplică sculurilor suspendate pe bastoane metalice 20—30 min, la 100—115°C, în autoclave automatizate ;

— contractarea în apă, preliminar vopsirii, la temperatura 85—95°C, timp de 15—20 min, după care se reduce temperatura şi se începe vopsirea ;

— contractarea în baia de vopsire. În acest caz contractarea se execută în prezenţa colorantului, dar la o temperatură inferioară temperaturii de difuzie a acestuia (75—85°C), fără circulaţia flotei, 10—15 min, după care se începe vopsirea (acest procedeu nu se recomandă în practică).

Albirea optică sau chimică. Se aplică după contractare sau simultan cu contractarea, numai pentru cazul firelor albe, necesare diferitelor articole textile.

Vopsirea, pentru care se folosesc coloranţi cationici, poate fi realizată prin mai multe procedee :

— procedeul de urcare a temperaturii în trepte ;

— procedeul de vopsire la temperatură constantă ;

Scanned with OKEN Scanner

— procedeul de vopsire cu auxiliari anioni activi.

Fiecare din aceste procedee prezintă avantaje și dezavantaje.

Se exemplifică schema de vopsire pentru procedeul de urcare a temperaturii în trepte, fiind cel mai utilizat (fig. 105).

Procedeul de urcare în trepte este simplu de realizat și se caracterizează prin faptul că viteza de tragere a colorantului se reglează cu ajutorul produselor de reglare („întîrzietor" sau „retarder") care se utilizează ca auxiliar.

Creșterea treptată a temperaturii asigură uniformitatea vopsirii. Acest procedeu necesită însă circulația perfectă a flotei la vopsire.

Adaosuri : — *la prepararea soluției A* :
2% acid acetic 80% pentru *p*H 4—5 ;
3—5% acetat de sodiu cristalizat ;
5—10% sare Glauber (sulfat de sodiu) ;
— *la prepararea soluției B* :
5—0% retarder anionic ;
X% colorant (în funcție de nuanța stabilită).

Cantitatea se calculează față de greutatea materialului textil.

Fazele conform schemei de vopsire sînt :
— contractarea : 5—10′ la 95—98°C ;
— urcarea temperaturii cu 1°C/min : 45—60 min ;
— menținerea la 98°C, 60—90 min ;
— răcirea la 60°C 2—4°C/min.

Emolierea și tratarea antistatică se face după vopsire în baia de vopsire răcită, pentru a conferi moliciune și comportare plăcută produsului finit. Alegerea produselor pentru acest scop se face după efectul dorit și după aspectele economice.

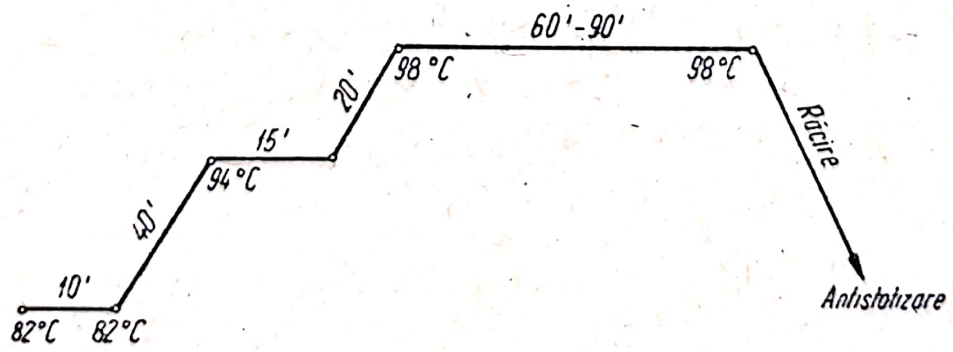


Fig. 105. Diagramă de vopsire pentru procedeul de urcare a temperaturii în trepte.

Vopsirea în gatouri se aplică în special pentru fire subțiri, singulare, care s-ar manipula mai dificil în sculuri. Firele fine sînt necesare pentru tricotaje superioare.

În unele întreprinderi textile se aplică contracția și vopsirea sub formă de gatouri, ceea ce duce la rezultate nesigure datorită riscului de apariție a dungilor, ca urmare a circulației neuniforme a flotei prin stratul de fire care devine mai dens după contracție.

Procedeele îmbunătățite prevăd aplicarea contractării firului în proces continuu, preliminar bobinării în gatouri pentru vopsire. Acest procedeu modern elimină dificultățile de mai sus și se extinde, la ora actuală fiind cunoscute mai multe sisteme, elaborate de constructorii de mașini (tabelul 42). Firul este derulat continuu și tratat termic cu viteză convenabilă și rebobinat în formatul pe care se va aplica ulterior vopsirea.

În țara noastră se experimentează aceste procedee pentru a fi introduse.

Fazele procesului tehnologic pentru vopsirea în acest caz sînt :

— contractarea continuă și înfășurarea ;
— vopsirea și tratamentul de finisare ;
— antistatizarea-uscarea ;
— bobinarea firelor pe bobine conice.

Criterii de selcționare a coloranților pentru stabilirea rețetelor. Pe lîngă alegerea procedeului de vopsire corespunzător este foarte important să se facă selecționarea coloranților după *criterii tehnice,* pentru a se asigura uniformitatea vopsirilor și reproducerea nuanțelor. Referindu-ne la această clasă cele mai importante criterii sînt :

Indicele de combinare (valoarea *K*). Acest indice exprimă viteza de vopsire și pentru nuanțele care se bazează pe amestecuri de coloranți. Este necesar să se verifice valorile *K* atunci cînd se fac

Tabelul 42

Sisteme pentru aplicarea contractării continui

Sistemul (forma contractării)	Mediul de contracție	Temperatura, °C	Timpul de tratare, s
Superba	Abur saturat	48—100	120
	Abur supraîncălzit	110	80
Heberlein	Aer cald	200—240	1—1,5
ARCT	Aer cald	250	0,8—1,0

Scanned with OKEN Scanner

combinații. Valorile trebuie să fie egale. De aceea, nu se recomandă amestecuri de coloranți de la firme diferite, pentru că pot fi diferiți și din acest punct de vedere. Această proprietate se mai numește *compatibilitatea de concentrare*.

Firmele producătoare de coloranți prezintă în prospecte valorile K pentru toți produșii pe care-i oferă, alături de alte caracteristici.

Indicele de sumă, S, pentru un colorant este de fapt indicele de saturare a fibrei, care este o caracteristică de bază a materialului supus vopsirii și exprimă cantitatea maximă de colorant cationic posibil de legat chimic.

Cunoașterea acestei caracteristici servește la stabilirea rețetelor cu amestecuri de coloranți, pentru a se ține seama de valoarea de blocaj a fibrei, peste care excesul de colorant este neutilizat.

Valoarea de saturare, f, este un indice specific colorantului, în corelare cu gradul de saturare S al fibrei, care ne dă limita C, a fiecărui colorant pe o anumită fibră :

$$C = \frac{S}{f}$$

Viteza de vopsire este o proprietate de bază pentru stabilirea procesului tinctorial și este delimitată, în principal, de specificul fibrei.

Fibrele care au viteză mare de vopsire, pentru a nu avea dificultăți în privința neuniformității, trebuie să utilizeze în rețetele de vopsire, în mod oboligatoriu, auxiliari chimici cu acțiune de reducere a acestei viteze (întîrzietor sau retarder).

Fibra Melana prezintă viteză de vopsire mai mică decît alte fibre, ceea ce permite vopsiri uniforme fără auxiliari de reducere a vitezei. Acești auxiliari au, în general, valori ca și coloranții, nefolosirea lor nu fac posibilă aplicarea.

Viteza de vopsire se poate caracteriza prin :

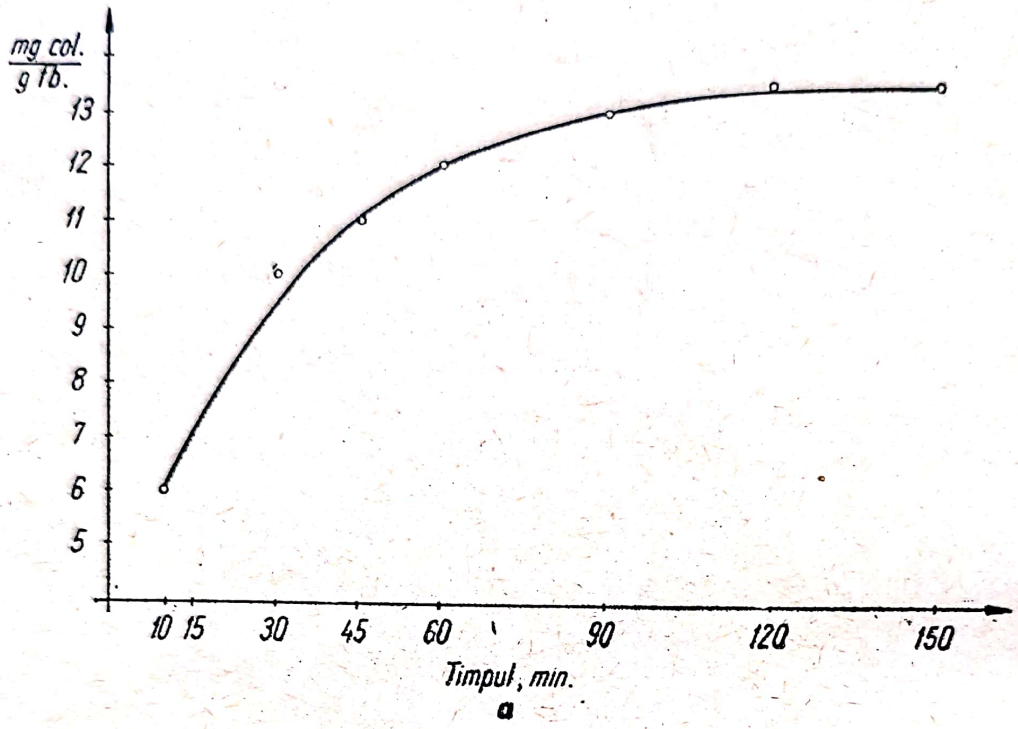
— coeficientul de difuzie aparent al colorantului ;

— timpul de semivopsire notat t 1/2, prin care se înțelege timpul în care trece în fibră 1/2 din cantitatea de colorant ce poate fi prelucrată la echilibru.

Determinarea în laborator a vitezei de vopsire este o metodă curentă de a compara diferitele tipuri de fibre și stabilire a rețetelor sau studierea aplicării coloranților (cap. IV).

Scanned with OKEN Scanner

După aceste date se trasează diagrama echivalent gram/gram fibră, funcție de timp (fig. 106).



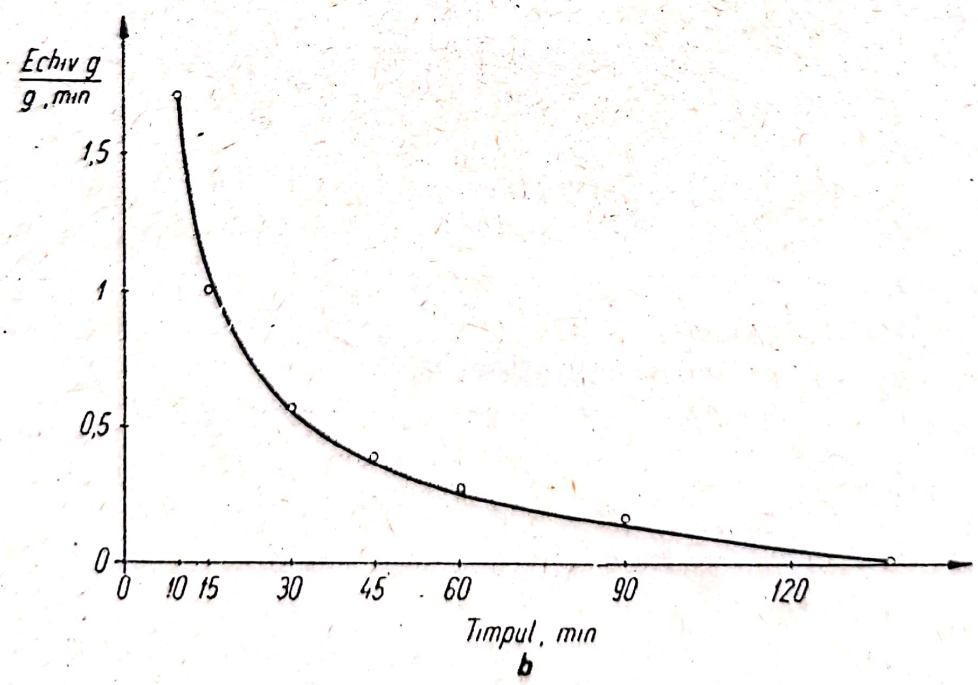


Fig. 106. Viteza de vopsire la fibre acrilice.

3. VOPSIREA FIRELOR ȘI FIBRELOR POLIAMIDICE

Firele și fibrele poliamidice se vopsesc cu : coloranți direcți, coloranți acizi și coloranți de dispersie.

Datorită afinității bune la coloranți direcți și acizi este posibilă vopsirea în culori vii într-o gamă completă, fără probleme deosebite. Cea mai dificilă problemă este asigurarea uniformității vopsirilor, în special în țesături și tricoturi.

Pentru asigurarea uniformității vopsirilor se utilizează, pentru fibre și fire poliamidice, coloranți acizi selecționați. Vopsirile se execută în prezență de auxiliari pentru egalizare, epuizare, și *p*H. Succesiunea operațiilor este aceeași ca la orice vopsire.

În practică se întîlnesc următoarele situații în ceea ce privește forma materialului textil supus vopsirii, ceea ce impune și aparatură adecvată : fibră scurtă (în proces discontinuu) ; fibrele supraelastice se vopsesc sub formă de țesături și tricoturi.

Vopsirea în sculuri nu este indicată la fire poliamidice. Operațiile sînt : spălarea și degresarea ; pregătirea flotei de vopsire ; dizolvarea colorantului ; acid acetic pentru *p*H necesar (4—4,5) ; % egalizator ; % colorant sau amestec de coloranți.

Vopsirea se realizează cu aparatură automată pentru ridicarea treptată a temperaturii și recircularea flotei : spălarea ; retratarea pentru fixarea colorantului ; avivarea antistatică ; centrifugarea : uscarea.

4. VOPSIREA FIRELOR POLIESTERICE

Firele poliesterice obișnuite se vopsesc cu coloranți de dispersie.

Firele texturate voluminoase se vopsesc în mod asemănător cu firele poliamidice, în același tip de aparatură, cu mențiunea că operațiile de vopsire la aceste fire se aplică sub presiune și temperatură ridicată (120°C).

Pentru a asigura difuziunea în lanțul macromolecular de polietilentereftalat se utilizează coloranți de dispersie selecționați, chiar și pentru culorile mai închise și auxiliari corespunzători pentru egalizare, avivare etc. Vopsirea în bucată a țesăturilor și tricoturilor de fire poliesterice este un procedeu care conferă uniformitate mai bună decît la vopsirea pe manșoane sau gatouri în aparate. Reproducerea nuanțelor de la un aparat la altul este dificil de realizat.

Un alt criteriu de calitate pentru vopsire este realizarea și reproducerea nuanțelor între partizi, conform cartelei de culori după

Scanned with OKEN Scanner

care se fac livrările. Abaterile de nuanță față de cartelă pot crea discuții de calitate.

Cartelele de culori se stabilesc în condiții care să asigure reproductibilitatea industrial.

Pentru firele vopsite în prealabil tricotării, problema cea mai importantă de calitate este asigurarea uniformității nuanței pe suprafața produsului prelucrat.

5. TESTE PENTRU VERIFICAREA CALITĂȚII VOPSIRILOR

Calitatea vopsirilor este verificată prin mai multe metode standardizate pe plan internațional, întrucît ele servesc și la evaluarea calității coloranților.

Principalele teste sînt :

— rezistența la spălare	5707/80
— rezistența la spălare cu detergent	idem
— rezistența la apă rece	5705/79
— rezistența la frecare uscată	5819/80
— rezistența la frecare umedă	idem
— rezistența la transpirație	1806/80
— rezistența la lumină	8446/79
— rezistența la călcare	5818/79

După notele care se obțin (de la 1—8 pentru lumină și de la 1—5 pentru rezistențe umede) ca urmare a executării încercărilor, este posibilă selecționarea produselor pentru articole uni sau combinate, precum și eliminarea din circuit a unor șarje nereușite.

6. APARATURA PENTRU VOPSIREA FIRELOR ȘI FIBRELOR CHIMICE

După cum s-a arătat mai înainte, aparatura de vopsire poate fi clasificată în felul următor :

a) *aparate cu recircularea flotei :*
   — aparate de vopsit cu suspendarea materialului textil ;
   — aparate de vopsit cu țevi perforate ;

b) *aparate de vopsit cu mișcarea materialului textil discontinuu :*
   — mașini de vopsit cu modulul băii mare (raport de flotă 1 : 20, 1 : 40) ;

Scanned with OKEN Scanner

— mașini de vopsit cu modulul băii redus (raport de flotă 1 : 3, 1 : 5).

c) *aparate pentru vopsirea continuă și semicontinuă :*

— procedeele cu fulardare.

De asemenea, în cazul vopsirii continue materialul textil se mișcă printr-un grup de valțuri în soluția de colorant, într-o treaptă sau două, după care se stoarce și se execută fixarea colorantului continuu, prin tratare termică în vapori sau fixare termică umedă.

Nivelul tehnic al aparaturii determină calitatea vopsirilor și economicitatea. Se cunosc diferite firme constructoare de aparate pentru vopsire, care și-au perfecționat utilajele pentru a fi competitive.

Nivelul tehnic al aparaturii de vopsire se apreciază după următoarele criterii :

— *capacitatea* respectiv productivitatea pe aparat ;

— *automatizarea* — modul de asigurare realizării regimului termic necesar și precizia acestei automatizări ;

— *sistemul de recirculare* al flotei ;

— *funcționarea sub presiune* și la temperatură ridicată ;

În R. S. România se produc aparate de vopsire la un nivel tehnic ridicat, care se utilizează în industria textilă de toate tipurile cunoscute.

În momentul de față tendința este dirijată către aparate de capacitate mare, pentru a asigura șarje mari de o nuanță și pentru economicitatea operației.

F. FACTORII CARE INFLUENȚEAZĂ CALITATEA VOPSIRILOR

Factorii care influențează uniformitatea vopsirilor la produsele din fibre chimice se pot împărți în trei categorii :

1) factori din fabricarea firelor și fibrelor ;
2) factori din prelucrarea textilă ;
3) factori din operațiile de vopsire-finisare și procedeele aplicate.

Cea mai importantă problemă de calitate care se evidențiază în produsul finit constituit din fibre chimice este *uniformitatea vopsirii* și *stabilitatea fizico-chimică a vopsirilor*.

Scanned with OKEN Scanner

Datorită influenței unui mare număr de factori care acționează pe tot fluxul, fenomenele pot fi cumulative și de mare sensibilitate.

De aceea, în toate etapele se impune o pregătire tehnică deosebită și experiență a personalului care execută diferite operații.

Aceasta presupune un control de calitate bine organizat pe toate fazele de fabricație pentru obținerea unei valori maxime de uniformitate.

1. În fabricarea fibrelor chimice problemele care stau în atenție din acest punct de vedere sînt specifice fiecărui tip de fibră, funcție de natura polimerului de bază.

Fibrele sintetice pot crea mai multe probleme de această natură, datorită faptului că legarea coloranților depinde de grupele active din masa polimerului, iar structura poate produce efecte de intensitate diferite pentru aceeași cantitate de colorant legat de fibră.

Fibrele artificiale, prin specificul lor, conțin un număr mare de grupe OH, peste cantitatea maximă necesară vopsirii și din acest motiv vopsirea este, în general, mai simplă.

Fibrele tip lînă, bumbac sau in sînt supuse în prelucrarea textilă unor operații de omogenizare repetate (numite *pasaje*) care asigură un grad de uniformitate, prin amestecare fizică, datorită specificului tehnologic.

Fibrele care posedă viteze de vopsire mari conduc la neuniformități, de aceea nu pot fi corect vopsite fără adaos de auxiliari care să regleze convenabil viteza de vopsire.

Firele sintetice normale sau texturate, din punct de vedere al uniformității vopsirii, prezintă cele mai dificile probleme.

Pentru eliminarea fenomenelor de această natură, în practica de fabricare a fibrelor se ține seama de următoarele :

— asigurarea uniformității polimerului din punct de vedere al valorii grupelor terminale și greutății moleculare în cadrul șarjelor și menținerea parametrilor termici între posturile de filare ;

— asigurarea parametrilor de climă din zonele de formare a fibrelor, care influențează uniformitatea aplicării orientării în procesele de etirare ;

— evitarea operațiilor de torsionare la valori mari ;

— evitarea aplicării de tratamente umidotermice în diferite faze intermediare. Procedeele mai noi au demonstrat că eliminarea operațiilor de spălare pe bobine la cald și fixarea fibrelor pe suport rigid (bobina este suport rigid) conduce la îmbunătățirea esențială a uniformității vopsirii țesăturilor ;

Scanned with OKEN Scanner

— dotarea corespunzătoare a mașinilor de texturare din punct de vedere al automatizării temperaturii întrucît texturarea implică o modificare de structură ;

— asigurarea pe tot parcursul a neamestecării șarjelor sau a produselor obținute pe tipuri de mașini diferite (este cazul operației de texturare).

2. În prelucrarea textilă, în mod obligatoriu la firele poliamidice și poliesterice, trebuie să se asigure respectarea șarjelor atît la urzeală cît și în bătătură.

— Tensiunile variate aplicate firelor în procesele de vopsire și țesere pot crea defecte în țesături.

3. Procedeul de vopsire aplicat, utilajele și automatizarea instalației de vopsire influențează uniformitatea vopsirilor.

Menționăm cele mai importante aspecte :

— condițiile de realizare a diagramei de vopsire (diagrama de temperatură) ;

— circulația flotei ;

— vopsirea sub presiune sau la temperatură înaltă conduce la uniformitatea vopsirilor. Firele PE normale nu pot fi vopsite corespunzător decît la temperatură înaltă ;

— pentru cazul firelor contractabile, rezultatele nu sînt aceleași dacă se aplică contracția simultan cu vopsirea sau în prealabil. Contracția fiind urmată de modificarea structurii poate duce la neuniformități ;

— aplicarea operației de contractare la firele acrilice în prealabil și în condiții termice superioare vopsirii conduce la rezultate mai bune și reduce timpul de vopsire, crescînd capacitatea aparatelor ;

— formatele pe care se aplică vopsirea trebuie să asigure contracția uniformă a fibrei la viteze mari de recirculare.

Vopsirea în gatouri a firelor contractabile din fibre acrilice fără aplicarea contracției prealabile este permanent un pericol de a crea neuniformități.

Aparatele de capacitate mare sînt de preferat și pentru faptul că sînt mai economice cît și pentru asigurarea unei cantități mai mari pentru o nuanță.

Fiecare șarjă de aparat poate aduce o diferență de nuanță.

Utilajele și recepturile de vopsire corespunzător alese asigură calitatea vopsirilor.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul XIII

PROCEDEE DE RECUPERARE A DEȘEURILOR TEHNOLOGICE ÎN FABRICAREA FIBRELOR CHIMICE

A. GENERALITĂȚI

În fabricarea fibrelor chimice este cunoscut faptul că prin succesiunea de operații care se aplică în diferite faze asupra produselor, rezultă inevitabil cantități de material în diferite stadii, care chiar dacă se situează în proporții normale procesului tehnologic, la capacitățile actuale ale producției de fibre se acumulează cantități importante sub diferite forme de deșeuri tehnologice.

Grija pentru valorificarea acestor deșeuri tehnologice este justificată în principal pentru materia primă imobilizată în aceste cantități care, pentru cazul nostru, se referă la importante produse intermediare ale chimiei organice și petrochimiei.

Proveniența deșeurilor tehnologice în ordinea fluxului general, indiferent de tipul de fibră, poate fi de următoarele categorii :

— monomeri și amestecuri de monomeri ;

— polimer de la instalațiile de polimerizare și polimer de la filare, montarea și schimbarea filierelor, verificarea debitelor etc. ;

— soluții de filare reziduale de la filtrele presă și filiere etc. ;

— fire neetirate de la faza de înfășurare, rezultate la schimbarea bobinelor sau întreruperi ;

— fire neetirate la punerea în funcțiune a mașinilor de etirat după fiecare levată ;

— fire răsucite de la curățirea bobinelor la operațiile de bobinare ;

— fire texturate de la texturare, dublare, sculuire sau bobinare la sfîrșitul și începutul operațiilor ;

— fire tehnice pe toate fazele (etirare, răsucire, dublare etc.) ;

— cablu de fibră de la încărcări pe liniile de filare, etirare, uscare etc. ;

— deșeuri de la mașinile de încreștit ;

— deșeuri de la mașinile de tăiat ;

— înfășurări de fibră la mașinile de rupt cablu ;

Scanned with OKEN Scanner

— capete de bandă de fibră de la fazele de transformare și laminare ;

— resturi de la analizele curente.

În industria textilă, care prelucrează ca materie primă firele și fibrele chimice, se creează, de asemenea, diferite cantități de deșeuri datorită operațiilor de prelucrare, urzire, țesere precum și la croit, rezultînd cantități importante de fire, tricoturi sau țesături neutilizabile, dar care sînt constituite din polimeri corespunzători materiei prime specifice.

Din această cauză, pe plan mondial se acordă atenție deosebită pentru găsirea soluțiilor de valorificare sub diferite forme, în scopul recuperării materiilor prime și reducerii consumurilor specifice.

Încă de la începutul fabricației, în unitățile de fibre din țara noastră s-a acordat importanță acestei probleme, pentru stabilirea unor procedee convenabile de recuperare. În ultimii ani, odată cu creșterea capacităților de producție această problemă s-a amplificat. De aceea, activitatea specialiștilor s-a concentrat pentru stabilirea mai multor procedee care să permită prin aplicarea lor în instalații adecvate valorificarea acestora în condiții de maximă eficiență economică.

B. PROCEDEE DE RECUPERARE A DEȘEURILOR TEHNOLOGICE ÎN FABRICAREA FIBRELOR POLIAMIDICE

În domeniul fibrelor poliamidice de toate sortimentele, în funcție de stadiul de prelucrare al materialului respectiv se pot aplica următoarele procedee :

1) depolimerizarea tuturor formelor de polimer și fibre cu refacerea monomerului (caprolactama) ;

2) compactarea deșeurilor textile sau polimerului bloc, obținîndu-se granule pentru mase plastice (procedeul Condux) ;

3) tăierea și defibrarea sub formă de fibre a cantităților prelucrate din punct de vedere textil, în special prelucrate după faza de etirare ;

Se pot obține fibre corespunzătoare pentru amestecarea cu alte fibre noi în diferite utilizări (textile, nețesute, covoare, țesături decorative) ;

Scanned with OKEN Scanner

4) alte procedee chimice și fizico-chimice cu păstrarea polimerului și transformarea acestuia în forme utilizabile pentru diferite tipuri (mase plastice și chiar refolosirea la filare) ;

5) produsele prelucrate textil, în funcție de stadiu, pot fi valorificate prin transformarea într-un sortiment diferit de cel de origine ca : fire multiplicate, fibră din fire etc.

În momentul de față toate aceste procedee sînt amplicate sau în curs de aplicare în unitățile din R. S. România.

Depolimerizarea policaprolactamei. Depolimerizarea policaprolactamei este cel mai vechi procedeu de recuperare aplicat la noi, chiar de la începutul fabricației. Procesul tehnologic al operației de depolimerizare cuprinde următoarele faze :

— depolimerizare-separare ;
— evaporare sub vid ;
— purificare chimică-filtrare ;
— deshidratare.

Prin aceste operații polimerul este readus sub formă de monomer, cu un randament total de 75%.

Depolimerizarea policaprolactamei are loc la temperatura de 270—300°C, în prezență de acid fosforic catalizator.

Reactorul pentru scindarea catalitică a polimerului în care se introduc deșeurile și catalizatorul se numește *creuzet*. După introducerea deșeurilor se barbotează abur supraîncălzit pe la partea inferioară. Topirea deșeurilor se realizează la partea inferioară a reactorului, prin încălzirea cu bobine de inducție.

Deasupra reactorului este montat un vas de încărcare cu celuloză care permite adăugarea a noi cantități de deșeuri fără oprire.

Temperatura este reglată automat pentru a nu depăși 250°C.

Nivelul topiturii din reactor este indicat cu ajutorul unui indicator de nivel cu raze gama. Topitura este antrenată cu un curent de abur suprasaturat la temperatură de 270—300°C.

Se obține un amestec de apă și caprolactamă (monomer) care se filtrează și se amestecă cu apele conținînd monomer, care provin de la extracția granulelor normale.

Această soluție se concentrează în mai multe trepte, se purifică prin tratare cu permanganat de potasiu care oxidează impuritățile oxidabile și trec pe cărbune activ, pentru reținerea resturilor de ulei în fire. După filtrare produsul purificat și concentrat este distilat, obținîndu-se caprolactamă de un nivel calitativ infe-

Scanned with OKEN Scanner

rior producţiei curente. De aceea, se refoloseşte la polimerizare în amestec cu produs proaspăt numai pentru anumite sortimente de fire şi fibre.

Procedeul era avantajos în ultimii ani în uzină.

La ora actuală, datorită faptului că are un randament de 75% în condiţii optime, consum de energie ridicat şi necesită un nou ciclu pentru transformarea în polimer, nu se mai dezvoltă, datorită punerii la punct a unor tehnologii mai economice.

Se dezvoltă procedeele de prelucrare şi utilizare ca fire şi procedeele care păstrează polimerul ca atare, schimbînd direcţia de utilizare către mase plastice sau chiar refolosirea în fire.

C. RECUPERAREA DEŞEURILOR TEHNOLOGICE ÎN FABRICAREA FIBRELOR ACRILICE

În filarea fibrelor acrilice, în funcţie de stadiul şi forma materialului, se cunosc următoarele procedee :

1) recuperarea soluţiilor de filare ;

2) redizolvarea deşeurilor finisate din punct de vedere textil şi filarea lor în amestec cu polimer normal sau separat ;

3) tăierea şi defibrarea deşeurilor prelucrate complet din punct de vedere textil şi transformarea în fibre pentru anumite scopuri ;

4) folosirea deşeurilor nefinisate din punct de vedere textil ca material de umplutură în tapiţerie, saltele.

În unităţile de fibre acrilice la C.F.S.-Săvineşti s-a introdus în mod organizat recuperarea în cea mai mare parte a deşeurilor, prin redizolvarea cu bune rezultate tehnico-economice.

D. RECUPERAREA DEŞEURILOR ÎN FABRICAREA FIBRELOR POLIESTERICE

În aceste fabricaţii, în funcţie de faza de proveniență a materialului, se aplică următoarele procedee :

1) depolimerizarea prin metanoliză cu producerea de DMT şi metanol. DMT se reintroduce în circuit ca DMT recuperat, în special la fibre colorate, şi materialul se valorifică ca atare ;

Scanned with OKEN Scanner

2) depolimerizarea prin glicoliză ;
3) tăierea și defibrarea cantităților de produse rezultate după etirare și încreștire și transformarea acestora în fibră ;
4) producerea de rășini sintetice pentru lacuri ;
5) recuperarea separată a deșeurilor colorate ;
6) material de umplutură.

Procedeul de polimerizare DMT prin metanoliză. Se bazează pe reacția cu metanol în exces la 200°C și 30 at.

Reacția se efectuează într-o autoclavă în exces de metanol, în raport de 1 : 4, în prezență de acetat de zinc catalizator.

Autoclava se încălzește în trepte. După terminarea reacției, metanolul se distilă, autoclava este spălată cu azot pentru îndepărtarea vaporilor de metanol.

DMT-ul recuperat se cristalizează sub azot și se refolosește.

Celelalte procedee se extind treptat în funcție de utilizatori.

E. RECUPERAREA DEȘEURILOR DE FIBRE CELULOZICE

Pentru deșeurile de fibră celulozică (celofibră sau fire) se aplică cu bune rezultate următoarele procedee :

1) cablul nefinisat de la mașinile de celofibră se taie separat și se introduce în procent redus în mașina de tratare, în amestec cu fibră finită, în mod continuu ;

2) tăierea și defibrarea firelor și fibrelor finite pe utilaje care permit obținerea unei fibre utilizabilă în amestec sau în textile nețesute ;

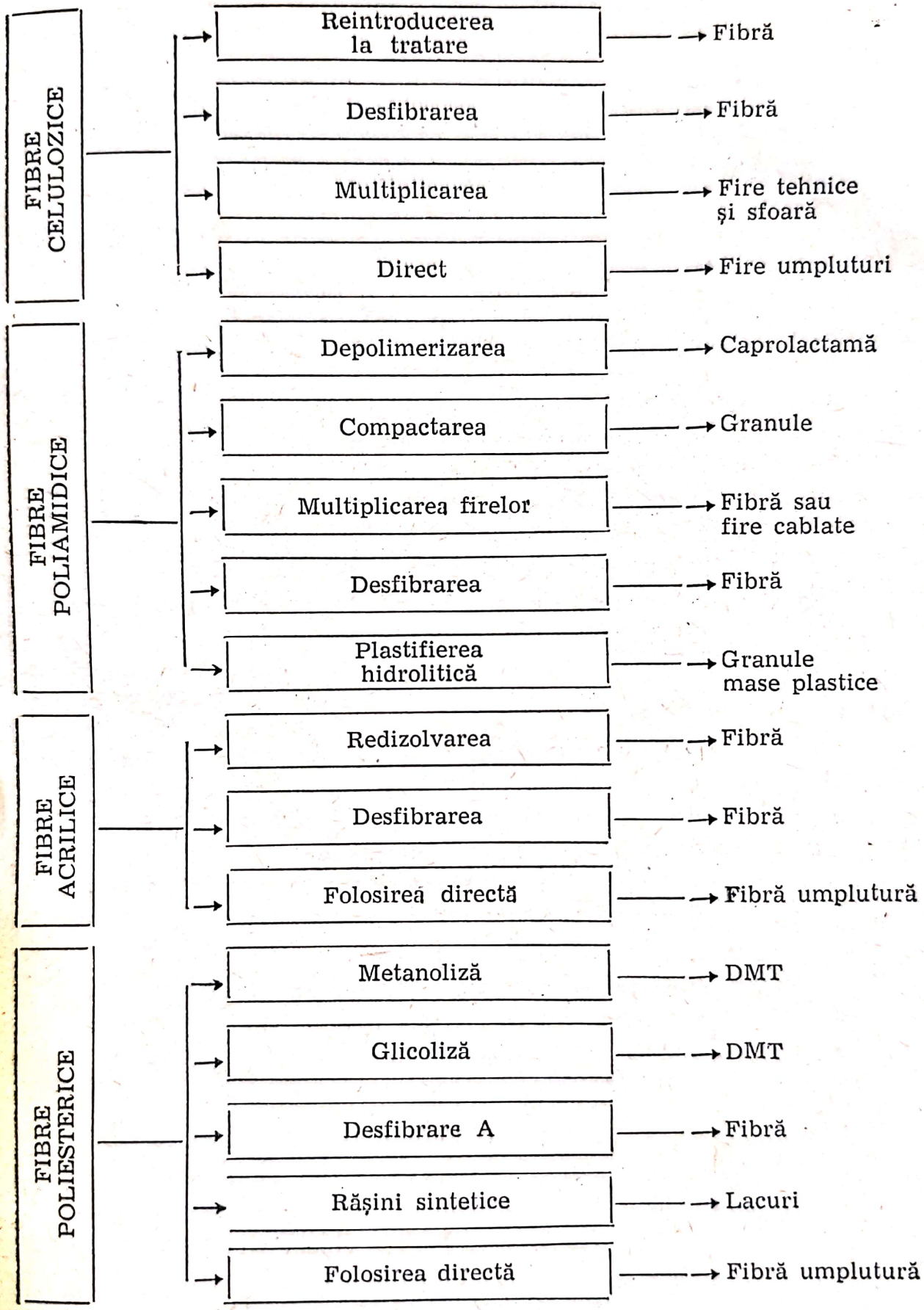
În același mod se pot valorifica în fibră deșeurile de cord vîscoză, care se prelucrează separat și se defibrează ca fibră bumbac cu modul ridicat sau cu utilizări speciale.

În continuare se prevăd măsuri pentru extinderea organizată a tuturor procedeelor de recurerare. Alegerea procedeelor se face în funcție de sortimentele și avantajele tehnico-economice, avînd ca obiectiv de bază valorificarea la maximum a materiilor prime.

Clasificarea din schema alăturată prezintă o centralizare sistematizată a tuturor posibilităților tehnice de recuperare, indicîndu-se și utilizarea produsului obținut în final prin procedeul aplicat.

O recuperare eficientă utilizează mai multe procedee, în funcție de cantități și stadiul produsului de recuperat calculîndu-se în ansamblu maximum de economicitate.

Scanned with OKEN Scanner



Clasificarea procedeelor de recuperare pentru fiecare tip de fibră.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul XIV

PROTECȚIA MUNCII ȘI TEHNICA SECURITĂȚII ÎN FABRICILE DE FIBRE CHIMICE

În condițiile orînduirii socialiste, legislația de protecție a muncii prevede utilizarea celor mai moderne metode pentru realizarea condițiilor optime de muncă și prevenirea îmbolnăvirilor profesionale.

Industria chimică, în general, este ramura care produce și manipulează toată gama de substanțe chimice necesare economiei, cu o varietate mare de proprietăți chimice, fizice și fiziologice.

Problemele de protecția muncii prezintă multiple aspecte care trebuie cunoscute temeinic pentru fiecare caz în parte de toți factorii care iau parte la procesul de producție.

Întrucît în literatura de specialitate s-au difuzat numeroase publicații privind manipularea și utilizarea substanțelor chimice în industrie, în continuare se prezintă numai substanțele cu acțiune și proprietăți speciale, caracteristice industriei fibrelor artificiale și sintetice.

În sectorul de fibre chimice se utilizează, atît în partea de sinteză monomeri și polimeri cît și auxiliari, o serie de substanțe care au acțiune nocivă asupra organismului și prezintă pericol de explozii sau incendii.

Am considerat util să prezentăm din acest punct de vedere, principalele măsuri și proprietăți ale celor mai reprezentative produse din punct de vedere al periculozității.

Pe parcurs, îmbunătățirile sau modificările aduse unor tehnologii s-au soldat cu schimbarea destinației unor produse intermediare, dar au rămas în continuare în sfera de activitate a Centralei de fibre cu valorificarea acestora în alte sinteze cum sînt : clorura de cianuril, intermediari pentru piele sintetică, tetraclor etan etc. Pe de altă parte, cunoașterea acestor substanțe conduce la o pregătire mai bună a personalului din punct de vedere al tehnicii securității muncii, motiv pentru care se menține prezentarea caracteristicilor specifice chiar dacă nu se utilizează exclusiv pentru fibre.

De asemenea, aceasta face posibilă utilizarea personalului calificat și în domeniul sintezelor de intermediari pe alte platforme.

Scanned with OKEN Scanner

Se numeşte *noxă* sau *substanţă toxică,* acea substanţă care pătrunzînd în organism, are o acţiune dăunătoare, tulburînd buna funcţionare a organismului şi producînd intoxicaţie.

Ţinînd seama de acţiunea toxică a substanţelor se deosebesc :

— toxice puternice, care introduse în cantităţi mici în organism dau efecte grave ;

— toxice slabe, care pot fi semnalate de organism numai la concentraţii mai mari.

Pătrunderea în organism a substanţelor toxice se poate produce în diferite moduri, care trebuie bine studiate, pentru a se putea stabili metodele de prevenire şi acţiune împotriva intoxicaţiilor.

Pătrunderea prin aparatul respirator este cazul cel mai frecvent de a se introduce o substanţă toxică în organism, în cazul în care aceasta se găseşte în mediul înconjurător sub formă de gaze, vapori, praf, picături.

Acest mod de introducere a substanţelor toxice are cel mai rapid efect, întrucît pătrunde repede în sînge şi în cantitatea cea mai mare. În cazul în care în mediul de lucru se răspîndeşte substanţe nocive, dintr-o cauză oarecare, pătrunderea prin respiraţie este inevitabilă. Pentru acest motiv s-au stabilit limite maxime admisibile în aer pentru fiecare substanţă în parte, care sînt verificate riguros. Normele de tehnica securităţii prevăd în primul rînd, respectarea limitelor admisibile pentru fiecare substanţă. Această concentraţie limită admisă asigură lucrul în mediul respectiv fără vătămarea organismului.

Pătrunderea substanţelor toxice în organism se mai poate produce prin aparatul digestiv sau prin piele. Intoxicaţiile prin infectare se produc prin nerespectarea regulilor de igienă elementară.

Din necunoaşterea noţiunilor principale asupra substanţelor care se manipulează se pot produce intoxicaţii şi prin înghiţirea directă. Pătrunderea substanţelor toxice prin piele, în special a substanţelor uleioare, dizolvanţi organici, este foarte uşoară, de aceea nu este permisă păstrarea pe corp a hainelor îmbibate cu dizolvanţi. Crăpături şi iritaţii ale pielii favorizează pătrunderea în organism, iar la contactul cu răni proaspete se pot produce intoxicaţii periculoase.

1. SUBSTANŢE TOXICE ŞI MĂSURI DE PROTECŢIE

Substanţele toxice pot acţiona asupra organismului prin :

— acţiune toxică generală, prin care se înţelege dereglarea funcţiilor organelor şi ţesuturilor din întregul organism ;

Scanned with OKEN Scanner

— acţiune iritantă provocată de unele substanţe asupra părţilor corpului cu care vin în contact, în special afectînd căile respiratorii.

Dacă o substanţă toxică acţionează asupra organismului dintr-o dată, apare intoxicaţia acută imediat, care poate avea consecinţe grave punînd în anumite cazuri, viaţa în pericol. Uneori, aceleaşi substanţe acţionînd treptat şi în cantităţi mici, nu sînt semnalate decît atunci cînd intoxicarea s-a produs şi s-a localizat în organism, ceea ce se numeşte *intoxicaţie cronică.*

Acidul cianhidric. Acidul cianhidric şi cianurile sînt utilizate ca materie primă pentru sinteza acrilonitrilului (procedeul - 1).

Acidul cianhidric este o substanţă foarte toxică. Inhalarea vaporilor de acid cianhidric (în condiţii obişnuite se află în stare de vapori) este foarte periculoasă deoarece pătrunde foarte repede în sînge şi intoxică organismul. Intoxicaţia are loc prin împiedicarea ţesuturilor organismului de a prelua oxigen, ceea ce duce la asfixiere celulară. Inhalat în concentraţii nu prea mari produce greutate pe piept, amăreală în gură, iritaţia ochilor, dureri de cap, bătăi de inimă, ameţeli, pielea se roşeşte, ameţeala creşte pînă la pierderea cunoştinţei, încetarea respiraţiei (prin paralizarea centrilor respiratori), inima continuînd să mai bată. La concentraţii mari, pierderea cunoştinţei apare imediat. Atît timp cît inima continuă să bată, bolnavul poate fi salvat.

Pentru protecţia muncii în secţie, în primul rînd trebuie să se facă un instructaj temeinic şi sever. În mod obligatoriu personalul trebuie să cunoască toate proprietăţile acidului cianhidric, măsurile de protecţie, operaţiile locale pe care are voie să le execute şi modul cum trebuie să le execute.

Instrucţiunile de exploatare a instalaţiei sînt afişate detaliat, iar periodic se reface instructajul şi verificarea cunoştinţelor.

Natura recipientului în care se depozitează acidul cianhidric poate avea influenţă asupra stabilităţii sale. În general, se recomandă păstrarea în cantităţi minime şi un timp redus a produsului în procesul tehnologic, deoarece este foarte instabil din punct de vedere chimic. În caz de oprire nu se depozitează produsul ci se distruge prin sistemul de ardere existent.

Datorită inflamabilităţii sale puternice prezintă pericol de incendiu, putînd forma amestecuri explozive.

Pentru toate aceste considerente se iau următoarele măsuri tehnice speciale, pentru asigurarea funcţionării unei secţii de acid cianhidric fără pericol :

Scanned with OKEN Scanner

— depozitarea în clădiri din materiale rezistente la foc ; Regimul de temperatură la depozitarea acidului cianhidric trebuie să fie asigurat constant fără condiţii de creştere în sezonul cald ;

— ventilaţie puternică, gazele de evacuare fiind aruncate în atmosferă la înălţime suficientă pentru a nu vicia atmosfera din jur ;

— încăperile din secţiile unde se produce sau se utilizează acidul cianhidric trebuie să fie prevăzute cu dispozitive automate pentru analize şi semnalizarea prezenţei acidului cianhidric în aer. Controlul continuu la conţinutului de acid cianhidric în aer exclude posibilitatea depăşirii concentraţiei maxime admisibile şi previne personalul din timp în cazul apariţiei unei concentraţii mai mari de acid cianhidric. Pentru asigurarea stabilităţii chimice a acidului cianhidric se utilizează agenţi chimici stabilizatori, care se introduc în procent de maximum 0,2% greutate. În acest scop sînt recomandaţi : acidul fosforic, acidul formic, acidul sulfuric, acidul acetic, şi alte substanţe. La Uzina de fibre sintetice Săvineşti se foloseşte cu rezultate bune acid acetic ca agent de stabilizare a acidului cianhidric ;

— asigurarea cu staţii de neutralizare chimică în caz de deversări sau ape nocive, înainte de a se introduce în bazinele de apă naturală pentru evacuare. La locurile din instalaţii unde pot avea loc scăpări de acid cianhidric sînt permanent pregătite stocuri minime de substanţe neutralizante. Cele mai eficace substanţe pentru neutralizarea acidului cianhidric sînt hipocloritul de sodiu, sulfatul feros alcalin, permanganatul de potasiu şi alţi oxidanţi ;

— să fie asigurată etanşeitatea instalaţiei şi condiţii de spălare şi neutralizare în secţie, asigurîndu-se întreţinerea locului de muncă cu cea mai mare exigenţă ;

— ventilaţia să funcţioneze în cele mai bune condiţii şi să se aplice permanent o mică depresiune ;

— aparatele de analiză să fie montate corect, nu în zona staţionară ;

— intervenţiile operatorilor în instalaţii se fac numai cu aparate izolante cu oxigen sau cu echipament de protecţie cu cartuş special pentru acid cianhidric ;

— la efectuarea lucrărilor să fie mai multe persoane prezente aşezate la distanţă, pentru a se putea ajuta în caz de pericol ;

— lucrările se execută la lumina zilei, dacă este posibil ;

— instalaţiile electrice, inclusiv iluminatul, trebuie protejate contra exploziilor.

— dotarea specială cu utilaj pentru stingerea incendiilor, materiale de intervenţie şi de prim ajutor care sînt depozitate într-un loc cunoscut ;

Scanned with OKEN Scanner

— personalul care lucrează în mediu de acid cianhidric, în secţii sau laboratoare, trebuie să cunoască în mod detaliat instrucţiunile şi măsurile de protecţie individuală ;

— să utilizeze masca şi materialul de protecţie, să respecte normele de igienă corporală şi alimentară ;

— să cunoască amănunţit operaţiile la locul de muncă ;

— să nu consume băuturi alcoolice înainte şi după program ;

— să se facă instructaj individual periodic.

Înainte de a se face intervenţii într-o zonă periculoasă, operatorul controlează cu tubuşoare speciale de detecţie, concentraţia de acid cianhidric. Uneori această operaţie se face periodic de echipa specială de control.

Recomandările speciale de prim ajutor sînt :

— să se scoată accidentatul din zona toxică ;

— să se telefoneze medicului de gardă, dispensarul fiind amenajat în preajma secţiilor celor mai nocive ;

— se scot hainele impregnate şi se face spălarea abundent cu apă ;

Concentraţia maximă admisă în aer este 0,0003 mg/l aer sau 0,3 mg/m^3 aer. Din această limită se poate deduce acţiunea toxică a acidului cianhidric care impune respectarea cu mare stricteţe a tuturor măsurilor de prevenire şi protecţie.

Acrilonitrilul. Este un produs foarte toxic. El pătrunde uşor în plămîni, datorită faptului că este volatil. La fel de grave sînt stropirile cu acrilonitril pe piele, avînd o mare putere de pătrundere în organism. Semnele de intoxicaţie sînt asemănătoare cu ale acidului cianhidric, cu deosebirea că nu se petrec atît de repede.

Măsurile de protecţie în cazul manipulării acrilonitrilului sînt tot atît de severe ca şi în cazul acidului cianhidric şi trebuie cunoscute şi respectate.

Prima condiţie este ca să fie asigurată etanşeitatea instalaţiei şi ventilaţia. Să se utilizeze îmbrăcăminte de protecţie (mască, costum, cizme de cauciuc) în cazuri de intervenţie.

Transvazările de lichid se fac sub supravegherea personalului instruit în acest sens, în aer liber sau sub nişă.

Acrilonitrilul este uşor inflamabil —5°C, pentru acest motiv este interzis fumatul şi orice sursă de flacără sau scîntei în secţie.

În încăperile unde se depozitează şi se manipulează acrilonitril, instalaţiile electrice sînt antiexplozive. Limita de explozie este : 3,00—17,00%. Concentraţia de acrilonitril maximă admisă în aer este de 0,0005 mg/l aer.

Scanned with OKEN Scanner

În secţiile în care se manipulează acrilonitril sînt date indicaţii amănunţite pentru executarea corectă a operaţiilor.

În caz de accidente se scoate bolnavul din zona gazoasă şi se pune sub supravegherea medicului. Hainele îmbibate cu acrilonitril sînt imediat îndepărtate, făcîndu-se spălarea corpului abundent cu apă.

Acetilena. Inspirată în concentraţii mari acetilena produce o stare de beţie şi somn. Trezirea se face fără urmări neplăcute. Intoxicaţiile acute cu acetilenă se produc rar în industrie, iar cazuri de intoxicaţie cronică nu se cunosc.

Acetilena obţinută din carbid conţine în toate cazurile impurităţi foarte periculoase ca : hidrogen arseniat, hidrogen fosforat şi hidrogen sulfurat, care au acţiune toxică puternică.

Acetilena obţinută din gaz metan nu conţine aceste impurităţi şi nu poate da complicaţii specifice acestor noxe.

Operatorii trebuie să aibă grijă deosebită pentru respectarea cu mare stricteţe a parametrilor de fabricaţie, pentru a nu se produce explozii.

Combinaţiile acetilenei cu unele metale cum sînt cuprul, argintul, mercurul, numite *acetiluri,* sînt puternic explozive, motiv pentru care se evită formarea acetilurilor de cupru în instalaţii şi păstrarea lor în stare uscată. Este interzisă manipularea de flăcări, scîntei, fumatul şi orice sursă de foc în zonele gazometrelor şi în alte zone ale sectorului de fabricaţie stabilite de tehnica securităţii la locul de muncă. Concentraţia maximă admisă în aer este 0,5 mg/l aer, sau 0,5 g/m^3 aer.

Acidul sulfuric. În contact cu substanţele organice acţiunea acidului sulfuric este puternic corosivă, producînd carbonizarea acestora. Aceeaşi acţiune o are acidul sulfuric şi la contactul cu pielea, în cazul în care nu este îndepărtat imediat.

Pericolul de intoxicare îl prezintă acidul sulfuric sub formă de ceaţă distribuită în aer, iar în cazul acidului sulfuric oleum, degajarea masivă de trioxid de sulf care are loc imediat la deversare sau scăpări de substanţă.

Intoxicaţia acută se întîlneşte rar, în schimb cele mai frecvente accidente sînt arsurile, ca urmare a stropirilor cu acid sulfuric, care pot provoca arsuri adînci. Stropirea ochilor este extrem de periculoasă, pentru vedere. Măsurile de protecţie, atît cele determinate de condiţiile tehnice cît şi cele individuale, trebuie bine cunoscute şi respectate.

Personalul care manipulează acidul sulfuric în procesul tehnologic sau execută descărcarea cisternelor, alimentarea rezervoarelor

Scanned with OKEN Scanner

sau alte operaţii, trebuie să fie în toate cazurile protejat cu costume complete, cizme şi mănuşi de cauciuc, iar ochii, cu ochelari.

În mediul de trioxid de sulf se fac intervenţii numai cu costum greu de protecţie şi aparate izolante. Secţiile sînt asigurate în mod curent cu ventilaţie puternică. Întreţinerea pardoselii se face continuu prin spălare şi neutralizare.

În cazul preparării de soluţii apoase de acid sulfuric se iau măsuri speciale de introducerea, în toate cazurile, a acidului peste apă şi nu invers, întrucît dizolvarea este puternic exotermă şi poate duce la accidente grave, pînă la spargerea recipientului.

Acidul sulfuric oleum nu se diluează niciodată cu apă, reacţia fiind şi mai violentă în acest caz, ci numai cu acid sulfuric monohidrat.

La locurile unde se manipulează şi se depozitează acid sulfuric şi oleum trebuie să fie permanent o rezervă de substanţe de neutralizare pentru a le avea la îndemînă la nevoie.

În caz de stropire se face spălarea imediată, îndelungată, cu apă, timp de 10 min şi tamponare cu alcool etilic. Masca folosită ca protecţie în acest caz are cartuş special pentru reţinerea acizilor. Mai indicată este utilizarea aparatelor izolante în funcţie de situaţia respectivă. Limita maximă admisă este de 0,002 mg/l aer.

Amoniacul. Din soluţiile apoase de 25% se degajă permanent vapori de amoniac. În stare de gaz, în amestec cu aerul, este exploziv la concentraţii de 15—27%. Pentru acest motiv în procesul de fabricaţie nu este permisă trecerea peste 13% a amestecului amoniac-aer.

Vaporii de amoniac sînt foarte iritanţi pentru ochii, nas, gît şi plămîni. Ochii sînt sensibili chiar la concentraţii mici de amoniac.

Pericolul mare se poate produce în cazul scăpărilor de gaze în urma accidentelor de instalaţii, cînd se pot degaja cantităţi mari de amoniac.

După o intoxicaţie acută, chiar dacă bolnavul se simte aparent bine, trebuie să fie supravegheat de medic în continuare, întrucît pot apare complicaţii ulterioare.

Pentru prevenirea accidentelor ce pot surveni la manipularea amoniacului trebuie luate următoarele măsuri :

— încăperile în care se lucrează cu amoniac să fie asigurate cu o ventilaţie puternică ;

— nu se deschid ventilele în care se află amoniac sub presiune, chiar dacă cisterna este golită ;

— dacă într-o încăpere sînt degajări de amoniac, nu se intră decît cu masca filtrantă completă ;

Scanned with OKEN Scanner

— la semnalarea unei cantităţi mai mari de amoniac se iese încet din încăpere reţinînd respiraţia ;

— nu este permisă rămînerea în încăpere cu respiraţia oprită ;

— hainele stropite cu amoniac vor fi imediat îndepărtate de pe corp. Pentru spălare se foloseşte apă, iar pentru neutralizare soluţii diluate de acid acetic. Pentru ochi se foloseşte neutralizarea cu acid boric. Concentraţia maxim admisă în aer este 0,02 mg/l.

Benzenul. Benzenul este unul dintre cei mai toxici dizolvanţi, acţionînd asupra sistemului nervos şi asupra sîngelui. Intoxicaţia acută cu benzen este rară şi poate surveni în urma unui accident de instalaţie. Respiraţia de vapori de benzen în concentraţie mare produce întîi o stare de beţie, greaţă, pierderea cunoştinţei. Dacă intoxicatul nu este scos din mediul de vapori de benzen, poate surveni moartea. Intoxicaţia cronică cu benzen este gravă, deoarece odată afirmată, revenirea se face foarte greu. Se pot produce anemii grave şi alte perturbaţii permanente. Pielea în contact cu benzenul se irită prin acţiunea de degresare a benzenului, favorizînd în acelaşi timp intrarea benzenului în corp. Se impune examen periodic celor care lucrează în mediu de benzen.

În cazul folosirii benzenului ca şi în cazul altor dizolvanţi, se pot asigura condiţii nevătămătoare de lucru, prin aplicarea celor mai potrivite măsuri de protecţie. Măsurile de protecţie şi condiţiile de lucru trebuie cunoscute temeinic, însuşite de cei care lucrează şi mai ales respectate în totalitate.

Se prevăd următoarele măsuri :

— etanşeizarea aparaturii în special acolo unde se lucrează la cald (extracţii, coloane de distilare), întrucît vaporii de benzen se răspîndesc uşor în aerul încăperii ;

— evitarea transvazării şi manipulărilor, precum şi scurgerile de benzen în diferite puncte ale instalaţiei ;

— mecanizarea transportului de benzen pe faze ;

— este interzisă utilizarea benzenului ca agent de spălare a pieselor şi instalaţiilor ;

— ventilaţia trebuie să fie asigurată cu exhaustoare în apropierea surselor principale de benzen ;

— întreaga apartură electrică din secţie, inclusiv iluminatul, este protejată împotriva exploziilor ;

— în anumite cazuri se lucrează numai cu mască, preferabil, mască cu alimentare de aer ;

— probele de benzen şi alte lucrări speciale cu benzen se efectuează sub nişă puternic ventilată.

Scanned with OKEN Scanner

Folosirea echipamentului de protecţie (salopetă, mănuşi de pînză impregnată etc.) la executarea operaţiilor este obligatorie. Cauciucul nu rezistă la acţiunea benzenului, fiind dizolvat de acesta. Materialul de protecţie din cauciuc se distruge repede la contactul cu benzenul.

Se utilizează creme de protecţia mîinilor. Hainele de lucru sînt schimbate cu hainele curate după o baie generală.

Întrucît benzenul este extrem de uşor inflamabil şi exploziv, în afară de măsurile de protecţie obişnuite se mai ţine seama de :

— interzicerea fumatului, a operaţiilor de sudură fără pregătire specială, a oricărei surse de flacără sub orice formă, sau scîntei provenite din ciocnirea sculelor metalice etc. ;

— sursele de căldură de orice tip, conducte de abur, radiatoare etc. nu se montează în apropierea surselor de benzen.

Vasele cu benzen se depozitează la temperatura ambiantă sub ventilaţie, în vase închise. La umplerea vaselor cu benzen se lasă un spaţiu liber, de preferinţă protejat cu azot. Concentraţia admisibilă este de 0,1 mg/l aer. Limita de explozie în amestec cu aerul este de 1,5—9,5%.

Bioxidul de sulf. Bioxidul de sulf este un gaz extrem de iritant pentru ochi şi căile respiratorii. Intoxicaţia acută se manifestă prin lăcrimare, tuse, senzaţie de sufocare, şi poate duce pînă la pierderea cunoştinţei. Intoxicaţiile cu efecte mortale imediate sînt rare.

Se poate produce edemul pulmonar ca şi în cazul altor gaze toxice speciale, cu efect retroactiv. Pentru acest motiv, bolnavul trebuie supravegheat de medic, tot timpul cît este necesar.

La intoxicaţia cronică la o concentraţie ponderată şi constantă în aer se produc bronşite cronice, conjunctivite, ulceraţii şi boli ale stomacului din cauza aciditătii.

Măsurile principale care se iau sînt :

— ventilaţie puternică ;

— etanşeitatea instalaţiilor şi amplasarea lor în aer liber ;

— captarea gazelor reziduale şi neutralizarea lor.

— verificarea periodică a concentraţiei de bioxid de sulf în aer ;

— folosirea măştilor de gaze cu cartuş pentru bioxidul de sulf. Pentru a se programa intervenţia se ţine seama de faptul că un cartuş se consumă repede, în 15—30 min.

În general, nu se pot ivi intoxicaţii acute în urma unor degajări accidentale de bioxid de sulf, însă în cazul în care apar accidente grave se dă oxigen accidentatului fără respiraţie artificială, şi sub supravegherea medicului.

Se neutralizează ochii şi gura cu soluţii de bicarbonat de sodiu.

Concentraţia maximă admisă este de 0,02 mg/l sau 20 mg/m^3 aer.

Scanned with OKEN Scanner

Clorul. Acţiunea toxică a clorului este de mult cunoscută, fiind un iritant puternic al căilor respiratorii şi al plămînilor, acţiunea toxică se produce şi după pătrunderea în sînge.

Intoxicaţiile încep cu iritaţii şi usturimi ale aparatului respirator şi senzaţie de sufocare. În funcţie de timpul stat în zona gazată, accidentatul poate să ajungă la pierdea cunoştinţei. După scoaterea lui din mediul toxic, bolnavul îşi revine aparent, iar ulterior poate să apară complicaţia numită edem pulmonar, în interval de cîteva ore. De aceea, în asemenea cazuri se ţine accidentatul minimum 48 ore în stare de odihnă totală şi tratament medical, chiar dacă se simte foarte bine. Intoxicaţiile cronice cu clor apar atunci cînd se stă permanent într-o atmosferă cu concentraţie în jurul limitei admise. Acestea se manifestă prin răguşală permanentă, conjunctivită, iritaţii, eczeme, anemii, puncte dureroase pe braţe şi distrugerea rapidă a dinţilor.

Întrucît clorul atacă puternic metalele, garniturile de cauciuc etc., verificarea cisternelor de clor şi a rezervelor, pentru a se evita scăpările de gaz, este o măsură permanentă.

Rezervoarele şi instalaţiile care conţin clor trebuie să fie perfect etanşe şi permanent verificate. Pătrunderea în instalaţie fără mască este interzisă. Trebuie să fie asigurată o ventilaţie puternică şi eficace.

De asemenea, se pregătesc soluţii chimice de rezervă pentru cazul scăpărilor de clor, cu golirea unor cantităţi de clor, care să-l transforme chimic.

De obicei, clorul este absorbit de hidroxidul de sodiu cu formare de hipoclorit. Se impune cunoaşterea perfectă a locului de muncă, a măsurilor specifice de acţiune în cazul scăpărilor de clor. În instalaţie există analizoare automate care verifică permanent concentraţia de clor din aer şi semnalizează alarmă în caz de depăşire a concentraţiei.

Operatorii trebuie să cunoască determinarea concentraţiei cu tubuşoare Dräger, speciale pentru clor şi să verifice, la intervale, concentraţia sau intervenţiile în secţie. Pentru siguranţă, în cazuri de intervenţie se folosesc aparate izolante de protecţie. Măştile de protecţie, în general, sînt repartizate pe oameni după mărimi şi talii. Nu se admite folosirea măştilor neetanşe, întrucît pot provoca accidente.

Concentraţia maximă admisă în aer este de 0,001 mg/l aer.

Caprolactama $\left[(CH_2)_5\begin{matrix}NH\\|\\CO\end{matrix}\right]$. Este monomerul pentru fibrele poliamidice „relon".

Scanned with OKEN Scanner

Caprolactama este un produs toxic în funcţie de condiţiile de contact. Cea mai mare agresivitate asupra organismului o prezintă vaporii de caprolactamă.

Inhalarea prin înghiţire sau prin contact cu pielea este, de asemenea, periculoasă pentru organism. Din acest motiv nu se permite folosirea sacilor care au avut caprolactamă, pentru alimente.

Nu este permisă atingerea cu mîna a caprolactamei topite sau cristalelor de caprolactamă în timpul manipulării.

Caracteristicile fizico-chimice ale caprolactamei (punct de topire 68,5°C, punct de fierbere 270°C etc), permit o manipulare uşoară a produsului, în cazul în care se respectă prescripţiile de lucru.

Limita admisă în aer este destul de redusă 10 mg/m^3 pentru caprolactama vapori sau praf.

Etilen-glicolul. Etilen-glicolul este o substanţă toxică care nu prezintă pericol atunci cînd este folosită la temperatură normală, întrucît nu dă vapori. În cazul în care prin încălzire vaporii de glicol se răspîndesc în mediul înconjurător, se pot produce fenomene de intoxicaţii grave. Se manifestă cu dureri de cap, ameţeli, greţuri, vărsături. Înghiţirea de glicol poate produce moartea.

În cazul în care se lucrează cu glicol încălzit, sub ventilaţii corespunzătoare, nu se pot produce perturbaţii în organism. Lucrul în condiţii necorespunzătoare poate duce la o intoxicaţie cronică, care se manifestă printr-o puternică acţiune toxică asupra rinichilor. Pentru acest motiv se recomandă controlul periodic al rinichilor pentru personalul care are contact cu vapori de glicol.

Instalaţiile în care glicolul este încălzit trebuie să fie perfect etanşe, iar încăperile bine ventilate. Personalul trebuie să fie bine instruit.

Întrucît vaporii de glicol pot produce explozii, instalaţiile electrice, inclusiv iluminatul, sînt protejate contra exploziilor. Nu se permite nici o sursă de foc în incinta secţiei.

Ţinînd seama de aceste considerente şi respectîndu-le întocmai, manipularea glicolului se poate face fără nici un fel de greutăţi, şi fără pericol pentru cei care execută operaţia.

Concentraţia maximă nu este normată.

Limita de explozie începe de la 3,2% volum în aer.

Fenolul. Fenolul este o substanţă toxică pătrunzînd uşor în organism sub formă de vapori, ceaţă sau prin piele, prin stropirea hainelor. Cu cît o suprafaţă mai mare de piele este atinsă, cu atît pericolul este mai mare.

Scanned with OKEN Scanner

Intoxicaţia acută se produce prin pătrunderea personalului fără mască în zona în care sînt răspîndiţi vapori de fenol, sau prin stropire în cazul neetanşeităţilor, evacuări de produse din manipulări greşite sau accidente de instalaţii.

Intoxicaţia acută se manifestă prin ameţeli, dureri de cap, zvîcniri în urechi, iritaţia ochilor ,a nasului, slăbiciune şi somn. În cazul lucrului îndelungat în mediul de fenol, depăşind limita admisă, se produc intoxicaţii cronice.

Atingerea pielii produce arsuri care pot fi foarte grave, dacă nu sînt îngrijite prin spălare imediată şi tamponare cu alcool. Se pot produce eczeme.

Fenolul se manipulează în condiţii de etanşeitate a instalaţiei, sub ventilaţie puternică. La intervenţiile în instalaţie, în cazul în care sînt cantităţi mai mari de fenol sub formă de vapori, sau cînd se fac intervenţii în conducte, în care circulă fenol topit, se foloseşte costum de protecţie complet, cu mască, mănuşi şi cisme de cauciuc.

Operaţiile de transvazare manuale sînt interzise.

În toate cazurile de intervenţie se asigură protecţia feţei, a ochilor şi a pielii, iar în cazul îmbinării hainelor cu fenol se scoate imediat persoana din mediul respectiv, se dezbracă şi i se face duş, pentru spălarea totală a corpului. Hainele de protecţie trebuie spălate des pentru a nu se îmbiba cu fenol. Dacă se spală pielea cu apă şi imediat se tamponează cu alcool, se evită iritarea acesteia.

În laborator se recomandă să existe în permanenţă o soluţie de 50% alcool cu care se tamponează imediat părţile care se stropesc cu fenol şi apoi se spală abundent cu apă.

Concentraţia maximă admisă în aer este de 0,005 mg/l sau 0,005 g/m^3 aer.

Fosgenul. Fosgenul este o substanţă foarte toxică care a fost utilizată ca gaz de luptă. La temperaturi de +8°C fierbe. Se păstrează la temperaturi scăzute, lichefiat.

Acţiunea toxică a fosgenului este puternică asupra aparatului respirator. Odată pătruns în plămîni, produce inflamarea alveolelor pulmonare, probabil prin formare de acid clorhidric în ţesutul pulmonar.

Cantitatea de fosgen inhalată în organism nu se poate evacua, acţiunea lui fiind aditivă.

Intoxicaţia acută se manifestă prin iritaţia căilor respiratorii, apăsări pe piept, care la început sînt inofensive, după care începe sufocarea. Gravitatea situaţiei este determinată de conţinutul de fosgen şi de timpul respirat întrucît efectul este proporţional cu

Scanned with OKEN Scanner

cantitatea de fosgen inhalat. În concentrație letală, poate surveni moartea imediat sau după cîteva zile, întrucît edemul pulmonar apare în majoritatea cazurilor ulterior.

Pentru acest motiv, în toate cazurile, chiar și în cele aparent ușoare, accidentatul trebuie să fie ținut în condiții de odihnă totală și sub îngrijirea medicului, pentru a preveni pericolul și complicațiile datorită edemului pulmonar.

Întrucît fosgenul este o substanță deosebit de toxică, este absolut necesar să fie cunoscute toate aceste proprietăți, precum și toate măsurile generale și specifice locului de muncă pentru prevenirea accidentelor.

Prin măsurile de prevenire și protecție, cele mai potrivite, care trebuie cunoscute temeinic, se pot asigura condiții de lucru și preîntîmpina pericolul intoxicației cu fosgen.

Tehnica modernă oferă toate posibilitățile pentru crearea condițiilor optime de protecție, pe care legile statului socialist le folosește și le impune.

Condițiile de prevenire și protecție de ordin general sînt :

— etanșeitatea instalației atît la sinteza fosgenului și depozitarea lui, precum și în secția de carbonat de etilenă care-l utilizează ca materie primă. Toate traseele sînt verificate permanent ca etanșeitate, precum și din punctul de vedere al coroziunii, întrucît porozități sau perforări în conducte și rezervoare pot produce scăpări de gaze sau deversări ;

— este interzisă pătrunderea de apă în traseele de fosgen, întrucît produce coroziune și în anumită cantitate, prin reacție cu apa, poate să ajungă la explozie ;

— ventilație puternică permanent, care să asigure schimbarea volumului de aer de 20—80 ori în timp de 8 ore ;

— personalul secției conduce instalația din camera de comandă, care este o încăpere complet separată de spațiul unde se găsesc utilajele ;

— analizoare de gaz automate, specifice pentru fosgen și clor determină permanent conținutul noxelor din hala de fabricație și semnalizează concentrația limită, precum și scăpările de gaz ;

— analizoarele de gaze trebuie montate în locuri potrivite pentru a asigura funcționarea lor și pentru a putea prinde aglomerările de gaze în zona surselor principale. Funcționarea lor este verificată de personalul specializat în aparatură de măsurat și control. Imediat ce se simte mirosul specific fosgenului se anunță urgent tot personalul din secție de la fiecare cotă, să-și pună echipamentul de protecție. Măștile filtrante se păstrează permanent asupra

Scanned with OKEN Scanner

personalului. În cazul în care mirosul este mai puternic, se evacuează personalul și se controlează cu aparatul Dräger concentrația de gaz în toate punctele.

În cazul scăpărilor de gaze în anumite puncte ale instalației, se intră numai cu aparate izolante.

Se amenajează la un loc potrivit, ușor accesibil, o cameră de intervenție, unde se păstrează aparatele de oxigen, analizoarele de mînă, costumele cauciucate și un minim de cartușe filtrante de schimb. Vizitarea instalației se face de minimum două persoane echipate cu aparatura de protecție necesară. La orice oprire în vederea intervenției sau la alte opriri, instalația se spală cu azot. Traseele de fosgen se protejează contra variațiilor de temperatură.

Instalația frigorifică cu agent de răcire cu freon asigură o temperatură joasă —20 . . .—40°C.

În instalație nu se intră cu foc, lămpi de lipit, brenere de sudură etc. Se verifică conținutul de apă și hidrogen din oxidul de carbon, care intră în sinteza fosgenului, întrucît un conținut peste 4% hidrogen poate genera explozie.

Probele de presiune se fac numai cu aer sau cu azot. Pentru distrugerea fosgenului în caz de erupție, la fiecare cotă există o butelie de amoniac, din care se purjează după nevoie. Operatorii sînt obligați să respecte întocmai instrucțiunile de la fiecare loc de muncă, pentru punerea în funcțiune, oprirea instalației și deservirea continuă.

Persoanele slab pregătite, emotive și lipsite de atenție nu sînt indicate pentru acest loc de muncă.

Intervențiile mecanice nu se vor face sub presiune. Se va spăla cu azot instalația și numai după degazarea completă se vor efectua operațiile respective.

Instalația este prevăzută cu bazine pentru soluție de hidroxid de sodiu 12% care se folosește pentru neutralizarea clorului și fosgenului în cazul în care este necesară golirea unor cantități mai mari. Gazele reziduale sînt în general arse, pentru a nu răspîndi noxele în jurul secției.

Concentrația maximă admisă în mediul de lucru este de 0,0005 mg/l sau 0,5 mg/m^3 aer.

Hidroxidul de sodiu. Acțiunea toxică a hidroxidului de sodiu se datorește faptului că este puternic caustic pentru piele și mucoase. Soluțiile de hidroxid de sodiu pot produce arsuri foarte adînci pe piele, praful și ceața pot produce iritații ale ochilor și gîtului, care pot merge pînă la ulcerații. Ele durează mult și se vindecă greu.

Scanned with OKEN Scanner

Respectarea măsurilor de protecţie asigură mersul normal în secţiile care lucrează cu hidroxid de sodiu. Măsurile specifice trebuie să fie respectate, întrucît stropirile în ochi cu soluţie de hidroxid de sodiu duc la pierderea vederii prin acţiunea de dizolvare a hidroxidului asupra corneei ochiului. Pentru acest motiv, utilizarea ochelarilor este prima condiţie obligatorie la dizolvarea sodei, manipularea soluţiilor şi alte operaţii.

Materialul de protecţie complet se compune din : mănuşi de cauciuc, costum de cauciuc, şorţ de cauciuc, cizme de cauciuc şi ochelari.

Pentru acţiuni imediate de neutralizare, în locurile unde se lucrează permanent cu hidroxid de sodiu trebuie să existe soluţii de prim ajutor, rezervă, acid acetic 1—2% pentru stropirile pielii şi acid boric pentru ochi. De asemenea, trebuie să existe surse de apă pentru spălări abundente.

Concentraţia maximă propusă este de 0,001 mg/l, pentru praf şi aerosoli ; limita este mai severă 0,0005 mg/l aer.

Metanolul (CH_3—OH) sau alcoolul metilic se obţine prin distilarea uscată a lemnului sau prin sinteza directă din CO şi H_2.

În cadrul producţiei de fibre, metanolul este obţinut ca produs secundar la fabricarea fibrelor poliesterice, rezultînd în procesul de transesterificare a DMT şi se valorifică ca atare.

Este o substanţă bine cunoscută ca foarte toxică cu acţiune asupra sistemului nervos ; caracteristic este faptul că produce leziuni ale nervului optic şi retinei.

Vaporii atacă puternic mucoasele.

Doza letală de alcool metilic introdus în organism este de 30 m^3, iar intoxicaţiile încep de la 10 cm^3.

Pentru intoxicaţia prin piele, limita maximă este 0,05 mg/l, în mediul de lucru.

Se acordă atenţie deosebită la manipularea alcoolului metilic şi se asigură marcajul în depozitare pentru a nu fi consumat din greşeală.

Oxidul de etilenă (CH_2—CH_2, cu O) se întrebuinţează la sinteza solventului de filare pentru fibra melana. Este un produs uşor volatil avînd punct de fierbere 10,7°C, este incolor.

Prezintă acţiune narcotică, cu toxicitate generală puternică asupra organismului, care se explică prin formarea formaldehidei sau etilenglicolului şi transformarea acestora în acid oxalic.

Scanned with OKEN Scanner

Este un produs cu mare reactivitate.

Întrucît este inflamabil și deosebit de volatil și cu tendință de explozie prin autopolimerizare, depozitarea, transportul și manipularea se efectuează după reguli speciale, cu obligația de a fi respectate riguros. În general, cisternele sînt protejate anticaloric pentru a nu se încălzi în timpul transportului.

Măsurile de manipulare și paza împotriva incendiilor pentru descărcarea, depozitarea și utilizarea în fabricație a oxidului de etilenă sînt descrise în detaliu la locul de muncă și respectarea lor este obligatorie.

Oxidul de carbon. Acțiunea toxică a oxidului de carbon se manifestă chiar la concentrații mici în aer și se acumulează în sînge. Datorită faptului că este lipsit de miros, semnalarea lui organoleptică este dificilă și tocmai din această cauză sînt necesare măsuri speciale de prevenire.

Primele semne de intoxicație apar după respirarea timp de cîteva minute la o concentrație de 0,01%, cantitatea cumulată fiind dependentă de mișcările făcute de persoană și de natura muncii. Oxidul de carbon ajuns în organism se fixează în hemoglobina din sînge cu formarea de carboxihemoglobină, care împiedică transportul de oxigen necesar vieții, conducînd la asfixierea organismului. Semnele de intoxicație acută se datoresc lipsei de oxigen a țesăturilor, care se manifestă prin dureri de cap, grețuri, tremurături, ameteli. În unele cazuri, în funcție de concentrație, omul leșină brusc, pe piele apar pete roșii ; în această stare trebuie să se dea ajutor imediat și competent, întrucît viața este în pericol.

Intoxicația cronică cu un oxid de carbon se poate petrece la concentrații mai mici, dar permanente și nu se poate conduce la un aspect atît de grav. Se manifestă prin dureri de cap, oboseală, pierderea poftei de mîncare, ameteli care după ieșirea din mediul respectiv dispar și se repetă în fiecare zi același ciclu, care conduce la intoxicație cronică.

Aceasta se poate soluționa, ajungîndu-se la stare de sănătate normală, prin îmbunătățirea condițiilor de lucru și schimbarea locului de muncă dacă este cazul.

Aplicarea și respectarea următoarelor măsuri de protecție a muncii pot asigura lucrul fără prejudicii într-o secție de producere și manipulare a oxidului de carbon ;

— trebuie asigurată o ventilație puternică și manipulări și operații de la tablouri de comandă izolate de mediul respectiv ;

— dotarea secției cu analizoare de oxid de carbon cu sistem de alarmă la concentrația maximă ;

Scanned with OKEN Scanner

— intervenţiile în instalaţii se fac numai cu mască de protecţie sau aparate izolante. Este important de reţinut faptul că cartuşul filtrant al măştii pentru oxid de carbon diferă de cele obişnuite prin aceea că materialul filtrant este un amestec de oxid de cupru şi oxid de mangan numit *hopcalită,* care transformă oxidul de carbon în bioxid de carbon. Cutia filtrantă este mai mare decît la măştile obişnuite. În general, nu se va acţiona mai mult cu masca decît este prescris, în funcţie de durata materialului filtrant. Este necesară introducerea unui control sistematic şi sever al măştilor pentru a se verifica activitatea materialului din cartuş sau pentru regenerarea lui ;

— operatorii trebuie să fie bine instruiţi pentru verificarea concentraţiei în sala de lucru cu tubuşoare reactive şi pentru a verifica fidelitatea analizoarelor din instalaţie. În cazul în care concentraţia găsită permite activitatea la punctul respectiv nu se intră totuşi fără mască.

Muncitorii care activează în aceste secţii trebuie să cunoască perfect toate sursele şi posibilităţile de scăpări de gaze din instalaţie şi toate măsurile în caz de avarii, pentru a preîntîmpina orice accident. Operaţiile în acest caz necesită pregătire, calm şi precizie, pentru a asigura protecţia celor care fac intervenţiile, precum şi a celor din jur. Instalaţia este prevăzută cu circuit de azot de spălare, care se foloseşte în toate operaţiile necesare.

De asemenea posibilitatea de ardere a gazelor reziduale sau a gazului concentrat în anumite cazuri împiedică răspîndirea lor în mediul înconjurător. La locul de muncă sînt prezentate în detaliu toate instrucţiunile pentru manipulare în instalaţie.

Concentraţia maximă admisă este de 0,02 mg/l aer.

Limita de explozie în amestec cu aerul este 12,5—74%.

Temperatura de autoaprindere este 605°C.

În caz de accident, se scoate imediat gazatul din aerul viciat. Se face tratament cu oxigen, bolnavul fiind transportat întins şi în cazuri mai grave i se face respiraţie artificială şi i se dă oxigen după prescripţia medicului.

Sulfura de carbon. Sulfura de carbon este o substanţă foarte toxică, care se manipulează cu deosebită grijă. Se pot produce îmbolnăviri acute şi cronice sau alte accidente datorită inflamabilităţii şi capacităţii de explozie, ceea ce impune stricte condiţii de depozitare şi manipulare.

Sulfura de carbon pătrunde uşor în organism prin aparatul respirator şi prin piele, pe care o irită prin degresare, iar cantităţile difuzate în organism acţionează puternic asupra sistemului nervos, producînd tulburări de diferite grade. În cazul în care accidentatul

Scanned with OKEN Scanner

rămîne în mediul de vapori care a provocat intoxicaţia, poate să-şi piardă cunoştinţa şi poate surveni chiar moartea.

Intoxicaţia cronică se manifestă la persoanele care lucrează mult timp în mediu cu toxicitate constantă în jurul limitei admisibile. Aceasta se manifestă prin dureri de cap, pronunţate stări de neliniște, anemie, greţuri, tulburări diferite. Uneori poate duce la paralizii, tulburări mintale, crize de furie, stări sufleteşti extreme, deprimare totală.

Sulfura de carbon are acţiune distructivă asupra psihicului, modificînd stările normale, senzaţiile şi activitatea intelectuală.

Măsurile tehnice de protecţie şi prevenire în fabricile de viscoză sînt multiple. Cele mai importante sînt :

— ventilaţia puternică, etanşeitatea aparatului, evitarea deversărilor de sulfură de carbon sau răspîndirea vaporilor ;

— depozitarea sulfurii de carbon se face în locuri izolate, la distanţă de secţia de fabricaţie, în rezervoare metalice cu un strat de apă de protecţie. Rezervoarele sînt amplasate în bazine de beton sau apă ;

— măştile pentru sulfură de carbon trebuie folosite un timp limitat în lucrările de intervenţii speciale. Nu este permisă intrarea într-o zonă unde concentraţia este cunoscută a fi peste limită, fără mască şi haine de protecţie ;

— mănuşile de cauciuc nu se pot folosi, întrucît sulfura de carbon dizolvă cauciucul şi sînt înlocuite cu mănuşi de doc impregnate cu masă plastică ;

— hainele îmbibate cu sulfură de carbon se dezbracă şi se degazează ;

— instalaţiile electrice, inclusiv iluminatul, sînt protejate contra exploziilor.

Pentru persoanele care lucrează de mult timp în mediu de sulfură de carbon se recomandă, în timpul liber, mişcare, plimbare în aer liber, ascensiuni, întrucît acestea ajută la eliminarea substanţelor toxice din organism, reînoind ţesuturile. Se cunosc cazuri cînd printr-un regim judicios, după o activtate de 20 ani în mediu de sulfură de carbon, organismul nu prezintă intoxicaţii, nici degradarea sănătăţii.

În general, se recomandă schimbarea locului de muncă la 3—4 ani de activitate.

Sînt interzise în secţie orice sursă de flacără sau scîntei, motiv pentru care la secţia de xantogenare se folosesc scule de cupru şi şine de cupru la transportul cărucioarelor.

Fumatul şi utilizarea alcoolului sînt contraindicate persoanelor care lucrează cu sulfură de carbon.

Scanned with OKEN Scanner

Transportul sulfurii de carbon la diferite locuri de utilizare se face sub presiune de apă.

În caz de intoxicaţie acută, îngrijirea se face sub supravegherea medicului, pînă la trecerea pericolului. Personalului care lucrează în mediu de sulfură de carbon se recomandă control periodic, efectuat de specialişti.

Se beneficiază de toate prevederile legislaţiei pentru muncă grea.

Concentraţia maximă admisă este de 0,01 mg/l aer. Limita de explozie este 1—44%.

2. PRINCIPIUL METODELOR DE DETECŢIE ŞI ANALIZĂ A SUBSTANŢELOR TOXICE

Se înţelege prin *detecţie* totalitatea mijloacelor tehnice care sînt posibile de aplicat în condiţii simple şi rapide pentru a se putea constata prezenţa unor substanţe toxice şi, în unele cazuri, de a se aprecia concentraţia.

Majoritatea acestor metode fiind numai informative, nu întotdeauna sensibilitatea este suficientă, însă pot fi utilizate prin faptul că se execută simplu şi rapid.

În unele cazuri sensibilitatea reacţiei este mult peste limita admisă pentru substanţele respective. Determinarea exactă a concentraţiilor se face de personalul specializat în laborator.

În întreprinderile noi ale industriei chimice din ţara noastră se organizează în cadrul intern, laboratoare toxicologice dotate pentru a executa analize chimice calitative ale substanţelor toxice utilizate în procesul de fabricaţie, atît ca produse principale, cît şi ca produse secundare rezultate.

Laboratorul de toxicologie din cadrul întreprinderii are următoarele sarcini :

— să controleze prin analize chimice dacă substanţele toxice sînt sau nu în limita admisibilă în fiecare încăpere şi în fiecare fază de fabricaţie ;

— să studieze condiţiile de muncă optime din punct de vedere toxicologic ;

— să stabilească corelaţia dintre fazele procesului tehnologic şi variaţiile concentraţiei substanţelor nocive în mediul de lucru ;

— să verifice momentele cele mai periculoase în funcţionarea utilajelor ;

Scanned with OKEN Scanner

— să cerceteze cauzele care duc la variaţia concentraţiei noxelor la un anumit loc de muncă în funcţie de condiţiile chimice ale procesului etc. ;

— să studieze eficacitatea ventilaţiei şi a altor măsuri pentru îmbunătăţirea condiţiilor de lucru ;

Metoda de determinare a substanţelor toxice din aer cu tuburi reactive Dräger. Această metodă se poate aplica foarte uşor cu ajutorul unei truse speciale. Trusa conţine o pompă de mînă din cauciuc de volum cunoscut, la care se pot monta tuburile reactive.

Calculul volumului de aer din probă se face ţinînd seama de numărul de pompări făcute şi de volumul pompei. Numărul de pompări este cu atît mai mare, cu cît concentraţia din mediul care se analizează este mai mică şi se stabileşte după caz.

Pentru fiecare noxă există cutii cu tuburi reactive (10—20 buc). Tubuşoarele reactive sînt sudate la ambele capete. Aceste tuburi sînt umplute cu un material inert granulat, de obicei silicagel ca suport care este îmbibat cu reactivul specific substanţei de analizat, în general capabile să formeze o coloraţie specifică.

Tubul este gradat în zone care marchează concentraţia direct cu linii colorate, după înălţimea zonei colorate şi numărul de pompări.

În fiecare cutie cu tuburile respective există o instrucţiune cu schema tubului care explică interpretarea cantitativă a rezultatelor. În momentul folosirii, tubul se taie la ambele capete şi se montează la pompa de aspiraţie în mediul de analizat. După aceea se citeşte limita corelaţiei şi se compară cu schema indicatoare. Fiecare tub reprezintă o analiză.

Acest sistem s-a dovedit foarte rapid şi exact, însă necesită rezerve de cutii cu tuburi reactive pentru fiecare noxă în parte.

În ultima perioadă a început şi în ţara noastră să se extindă această metodă, stabilindu-se un procedeu de preparare a tuburilor reactive pentru hidrogen sulfurat. Pentru unele noxe, este posibilă realizarea cu mijloace proprii a tuburilor.

Metode chimice de analiză a substanţelor toxice. Pentru acest scop, metodele chimice trebuie să fie foarte sensibile, precise şi se bazează de obicei pe cele mai specifice reacţii de culoare a substanţelor cercetate.

În tabelul 43 se prezintă într-o centralizare sistematizată, principalele reacţii de culoare pentru determinarea unor noxe specifice fabricării fibrelor chimice şi reactivii respectivi.

Tehnica luării probelor se bazează pe absorbţia în diferite medii, a unui volum de aer măsurat şi este descrisă în manualele de specialitate.

Scanned with OKEN Scanner

Noxa	Limita admisă	Mediu absorbant	Metoda	Reactivi
				Denumirea
Amoniac	25 mg/m³	H_2SO_4 N/100	Colorimetric	Nessler
Acid cianhidric	0,3 mg/m³	NaOH N/10	Colorimetric	Cloramină, piridină, benzidină
Acid clorhidric	10 mg/m³	NaOH N/100	Colorimetric	Perclorat de fier, sulfocianură de argint saturată
Acetilenă	0,5 g/m³	Soluţie de azotat de cupru	Colorimetric	Azotat de cupru şi amoniac
Acetat de vinil	20 mg/m³	H_2O	Colorimetric	Hidroxilamină, clorură ferică
α-Metil-stiren	300 mg/m³	Metanol	Colorimetric	Acetat de mercur Difenil carbozidă

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 43

pentru detecţia unor noxe

specifici Prepararea	Mediu de reacţie	Culoarea	Interferenţa
Se dizolvă 17 g $HgCl_2$ în 300 ml apă şi 35 g KI în 100 ml apă. Soluţia mercurică se adaugă peste soluţia de KI pînă la formarea unui precipitat roşu. Se adaugă 600 ml NaOH şi restul de soluţie mercurică se utilizează după minimum 24 ore decantare.	Alcalin	Galbenă	Interferă aminele alifatice, anilina şi unele aldehide.
Benzidină 1 : 100 alcool etilic +piridină 1 : 5+40 ml HCI concentrat.	Alcalin Soluţie tampon de fosfat de sodiu	Roşie	Metoda este specifică
14 g Fe în 500 ml HNO_3 1 : 1 +120 ml $HClO_4$ conc. se încălzeşte pînă la dispariţia vaporilor nitroşi.	Acid	Roşie	Metoda este specifică
Azotat de cupru 0,5 g în apă distilată+amoniac 53 g în 100 ml total soluţie.	Alcalin (amoniac)	Roşie	Metoda este specifică
Clorhidrat de hidroxilamină 21 g în 100 ml soluţie clorură ferică 10/100 în apă.	Alcalin	Roşie	—
Oxid de mercur 0,1 g+10 ml acid acetic+alcool metilic pînă la 200 ml. Difenil carbozidă 1/100 în alcool metilic.	Alcoolic acid	Albastră-violetă	—

Scanned with OKEN Scanner

Noxa	Limita admisă	Mediu absorbant	Metoda	Reactivi
				Denumirea
Acrilonitril	1,5 mg/m^3	H_2O	Colorimetric hidroliză alcalină	Nessler
Benzen	50 mg/m^3	Amestec nitrant	Colorimetric	Metil-etil-cetonă
Bioxid de sulf	10 mg/m^3	Tetraclor-mercuriat de sodiu	Colorimetric	Fuxină
Caprolactamă	10 mg/m^3	H_2O	Colorimetric	Hidroxil-amină
Ciclohexanol	200 mg/m^3	Difenil-amină în H_2SO_4 conc	Colorimetric	Difenil-amină
Ciclohexanonă	150 mg/m^3	H_2O	Colorimetric	Acid H, sare de diazoniu
Difil	2 mg/m^3	Amestec nitrant	Colorimetric	Acetonă
Etilenglicol	Nu este normată	H_2O	Colorimetric	Acid periodic Acid cromotropic

Scanned with OKEN Scanner

Tabelul 43 (continuare)

specifici Prepararea	Mediu de reacție	Culoarea	Interferența
Idem ca la amoniac	Alcalin	Galbenă	Interferă aminele alifatice, anilina și unele aldehide.
Metil-etil-cetonă	Alcalin	Roșie-violetă	Interferă omologii benzenului și compușii acestuia
Soluția I 1% fuxină în apă. Soluția II 4 ml soluție I+ +6 ml HCl concentrat+apă pînă la 100 ml	Acid	Roșie violetă	Metoda este specifică
Clorhidrat de hidroxilamină 21 g+apă pînă la 100 ml		Roșie	
Difenilamină 2% în H_2SO_4 conc.	Acid	Roșie	
Soluție proaspătă 1 : 1 din soluție acid H 0,25% în HCl N/10 și soluție 1% $NaNO_2$	Alcalin	Roșie-vișinie	Interferă acetona cînd se găsește în cantități mari
Acetonă	Alcalin		Interferă hidrocarburile aromatice care împiedică determinarea.
Acid periodic 1,5% în H_2SO_4 conc. Acid cromotropic 0,15 g în 5 ml H_2SO_4 de 10% se filtrează și se adună 125 ml H_2SO_4 conc.	Mediu acid	Roșie	Metoda este specifică

Scanned with OKEN Scanner

Noxa	Limita admisă	Mediu absorbant	Metoda	Reactivi
				Denumirea
Fenol	5 mg/m³	Tetraclorat de sodiu	Colorimetric	Fericianură de potasiu și amino-antipirină
Hidroxid de sodiu	1 mg/m³	Soluție verde de brom-crezol	Colorimetric	Pînă la virajul indicatorului
Oxid de etilenă	1 mg/m³	Acid sulfuric N/10	Colorimetric	Acetil-acetonă
Oxizi de azot	10 mg/m³	Soluție alcoolică	Colorimetric	N-naftil-etilen-diamină
Oxid de carbon	30 mg/m³	În pipetă de gaz	Colorimetric	Clorură de paladiu
Trioxid de sulf	10 mg/m³	H_2O	Nefelometric	Azotat de plumb

— să studieze acțiunea diferitelor substanțe asupra personalului din anumite secții ;

— să cerceteze cele mai moderne și cele mai precise metode de analiză, pentru substanțele specifice întreprinderii și să se preocupe de îmbunătățirea dotării și a aparaturii de lucru.

Activitatea laboratorului se desfășoară după un plan care cuprinde toate locurile de muncă interesate de frecvența determinărilor.

Scanned with OKEN Scanner

specifici Prepararea	Mediu de reacție	Culoarea	Interferența
Soluție apoasă de 0,1%, 4-amino-antipirină, soluție apoasă de fericianură de potasiu 0,1%	Neutru	Roșie	Interferă caprolactama
Verde de brom-crezol 0,1% în alcool ; 12 ml din această soluție la 1 000 ml apă fiartă și răcită.	—	Verde-albastră	Interferă substanțe cu caracter bazic sau acid
Acetat de amoniu 25 g+	Mediu acid la cald	Galbenă	—
+sulfonilamidă 4 g+acid tartric 95 g·1 g amestec în 100 ml apă	Alcalin	Roșie	Metoda este specifică
$PdCl_2$ 0,1 g în HCl conc.+ +30 ml apă. Se dizolvă la cald și se diluează la 100 ml		Roșie	Interferă substanțele reducătoare
Soluție apoasă de azotat de plumb. Precipitarea se face în mediu alcoolic.	Acid	Albă	

Metode simple de detecție. Pentru a se semnala substanțele nocive în aer sau scăpări de gaze, se utilizează în unele cazuri, pentru a avea o indicație, „hîrtii reactive".

Hîrtiile reactive sînt îmbibate cu substanțe care reacționează cu noxele de cercetat, formînd o coloratie specifică. În acest scop se poate folosi hîrtia de filtru îmbibată cu soluții, după anumite rețete, uscată, tăiată în fîșii potrivite, care se păstrează în borcane etanșe și se folosește de operatori de cîte ori este nevoie.

Bibliografie

1. Alexandru, L., Bosică, S. **Fibre sintetice.** Chimie și tehnologie. Editura tehnică, București, 1966.
2. Drimuș, I., Spiliadis, A., Mateescu, M. **Procese fundamentale în industria organică de sinteză,** vol. III, Editura tehnică, București, 1968.
3. Fourné, F. **Syntetische Fasern Herstellung und Verarbeitung.**
4. Gutium, P., Haneș, S., Matache, S. **Tehnologia fibrelor chimice.** Editura didactică și pedagogică, București, 1963.
5. Götze. **Kunstseide und Zelwolle,** 1964.
6. Klare, H. **Syntetische Fasern aus Polyamiden,** 1963.
7. Lazarov, I. **Noxe industriale.** Editura tehnică, București, 1952.
8. Rădulescu, S., Vinea, E., Simionescu, T. **Prelucrarea textilă a fibrelor sintetice.** Editura tehnică, București, 1962.
9. Riakzov, A. N. **Chimia și tehnologia fibrelor artificiale** (trad. din l. rusă). Editura tehnică, București, 1954.
10. Rogovin, Z. A. **Chimia și tehnologia fibrelor artificiale** (trad. din l. rusă). Editura tehnică, București, 1954.
11. Rogovin, Z. A., Șorighina, N. N. **Chimia celulozei și a substanțelor însoțitoare** (trad. din l. rusă), Editura tehnică, București, 1958.
12. Strepiheev, A. A., Derevițkaia, V. A. **Chimia compușilor macromoleculari** (trad. din l. rusă), Editura tehnică, București, 1963
13. Velea, I., Mihail, R. **Tehnologia sintezei monomerilor.** Editura tehnică, București, 1966.
14. * * * **Chemische Technische Untersuchungsmethoden Textil-Industrie.** Darmstadt, E. Merk.
15. * * * **Fibre sintetice.** Editura tehnică, București, 1960.
16. * * * **Manualul inginerului textilist.** Editura tehnică, București, 1959.
17. * * * Centrul de documentare M.I.P.Ch. **Tehnologii moderne în fabricarea fibrelor sintetice,** Partea I și II, Colectivul cursului de perfecționare al inginerilor, 1965.
18. * * * Centrul de documentare M.I.P.Ch. **Noutăți în fibre chimice,** 1965.
19. * * * Documentații Uzina de fibre sintetice — Săvinești.
20. * * * Documentații Combinatul de fibre artificiale — Brăila.
21. * * * Documentații Uzina de fibre sintetice — Iași.
22. * * * Prospect Montecatini. **Moplen-Polypropylenharz.**
23. Rozmann, Gh., Twardochlieb, Em. **Fibre poliesterice. Chimie și tehnologie.** Editura tehnică, București, 1975.
24. Calistru, Elena. **Chimia și tehnologia fibrelor chimice.** Editura tehnică, București, 1975.
25. Ionescu, Maria. **Cartea operatorului din industria fibrelor chimice.** Editura tehnică, București, 1973.

Scanned with OKEN Scanner